



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 699 13 982 T2 2004.12.09

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 131 473 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 699 13 982.1

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/US99/24782

(96) Europäisches Aktenzeichen: 99 953 254.2

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 00/24946

(86) PCT-Anmeldetag: 22.10.1999

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 04.05.2000

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 12.09.2001

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 02.01.2004

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 09.12.2004

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: C23C 14/00

C09C 1/00

(30) Unionspriorität:

105399 P 23.10.1998 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LI, LU, MC, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:

Avery Dennison Corp., Pasadena, Calif., US

(72) Erfinder:

JOSEPHY, Karl, Los Angeles, US; RETTKER, P.,  
James, Crown Point, US; ENLOW, H., Howard,  
Munster, US

(74) Vertreter:

Patent- und Rechtsanwälte Bardehle, Pagenberg,  
Dost, Altenburg, Geissler, 81679 München

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON METALLPLÄTTCHEN

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 eingelebt, 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

### Gebiet der Erfindung

**[0001]** Diese Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Erzeugung von Plättchen mit hohem Seitenverhältnis, welche sowohl für funktionale als auch für dekorative Anwendungen verwendet werden können. Die Plättchen können bestehen aus Metall, Metallverbindungen, nicht-metallischen oder klaren Plättchen. Die funktionalen Anwendungen der Plättchen umfassen die Verwendung in schützenden Beschichtungen, denen die Plättchen einen gewissen Grad an Festigkeit verleihen können, um bestimmte gewünschte Eigenschaften der fertigen Beschichtung zu erzeugen, oder in denen die Plättchenschicht verwendet kann, um das Licht bestimmter Wellenlängen herauszufiltern, um eine darunterliegende pigmentierte Schicht zu schützen. Reflektierende Metallplättchen sind in einer Reihe optischer oder dekorativer Anwendungen nützlich, inklusive Tinten, Farben oder Beschichtungen. Andere Verwendungen der Plättchen umfassen Mikrowellen- und elektrostatische Anwendungen.

### Hintergrund

**[0002]** Herkömmliche Aluminiumplättchen werden hergestellt in einer Kugelmühle, welche Stahlkugeln enthält, Aluminiummetall, mineralische Alkohole und eine Fettsäure, die üblicherweise von Stearinsäure oder Ölsäure abgeleitet ist. Die Stahlkugeln glätten das Aluminium und zerbrechen es zu Plättchen. Wenn der Kugelmühlvorgang fertig ist, wird die wässrige Masse durch ein Maschensieb geleitet, um die Partikel nach Größen aufzuteilen. Plättchen, die zu groß sind, um durch das Sieb hindurch zu passen, werden zu der Kugelmühle zurückgeleitet zur weiteren Bearbeitung. Plättchen mit der richtigen Größe werden durch das Sieb hindurchgeleitet und in eine Filterpresse eingeführt, wo überschüssiges Lösungsmittel von den Plättchen getrennt wird. Der Filterkuchen wird anschließend mit zusätzlichem Lösungsmittel abgelassen. Solche herkömmlichen Aluminiumplättchen weisen typischerweise eine Größe von 2 bis etwa 200 µm auf und eine Partikeldicke von ungefähr 0,1 bis 2,0 µm. Diese Plättchen sind charakterisiert durch eine hohe diffuse Reflektion, eine niedrige Spektralreflektion, eine raue ungleichmäßige Plättchenmikrooberfläche und ein relativ niedriges Seitenverhältnis.

**[0003]** Ein anderes Verfahren zur Herstellung von Metallplättchen ist ein Verfahren der Avery Dennison Corporation zur Herstellung von Plättchen, die unter der Bezeichnung Metallure verkauft werden. In diesem Verfahren werden beide Seiten eines Polyesterträgers mit einer auf Lösungsmittel basierenden Harzlösung tiefdruckbeschichtet. Die getrocknete beschichtete Bahn wird anschließend zu einer metallisierenden Einrichtung transportiert, wo beide Seiten der beschichteten Folie metallisiert werden durch einen Dünnpfilm aus aufgedampftem Aluminium. Die Folie mit dem dünnen Metallfilm wird dann zu der Beschichtungseinrichtung zurückgebracht, wo beide Seiten des Aluminiums mit einem zweiten Film, der auf Lösungsmittel basierenden Harzlösung beschichtet werden. Die getrocknete beschichtete/Metallfolie wird dann wiederum transportiert zu der metallisierenden Einrichtung, um einen zweiten Film von aufgedampftem Aluminium auf beide Seiten der Folie aufzubringen. Die resultierende Mehrschichtfolie wird anschließend zur weiteren Bearbeitung zu einer Einrichtung transportiert, wo die Beschichtungen in einem Lösungsmittel wie beispielsweise Aceton von dem Träger abgezogen werden. Der Abziehvorgang zerbricht die kontinuierliche Schicht zu Partikeln, die in einem Schlamm (slurry) enthalten sind. Das Lösungsmittel löst das Polymer zwischen den Metallschichten des Schlamms heraus. Die wässrige Masse wird anschließend einer Schallbehandlung und einem Zentrifugenvorgang unterzogen, um das Lösungsmittel und die aufgelösten Beschichtungen zu entfernen, wobei ein Kuchen von konzentrierten Aluminiumplättchen von ungefähr 65% Feststoffanteil zurückbleibt. Der Kuchen wird anschließend abgelassen in ein geeignetes Bindemittel und weiter verklebt durch das Homogenisieren zu Plättchen von kontrollierter Größe für die Verwendung in Tinten, Farben und Beschichtungen.

**[0004]** Metallplättchen, die durch dieses Verfahren für Druckapplikationen produziert werden, wie beispielsweise Tinten, werden charakterisiert durch eine Partikelgröße von ungefähr 4 bis 12 µm und einer Dicke von ungefähr 150 bis etwa 250 Å. Beschichtungen, die aus diesen Plättchen hergestellt werden, weisen eine hohe Spektralreflektion und eine niedrige diffuse Reflektion auf. Die Plättchen weisen eine glatte spiegelähnliche Oberfläche und ein hohes Seitenverhältnis auf. Die Beschichtungen weisen auch einen hohen Grad an Deckvermögen pro Pfund aufgebrachter Plättchen auf, im Vergleich mit Metallplättchen, die durch andere Verfahren hergestellt wurden.

**[0005]** Plättchen werden auch in einem Polymer/Metallvakuum-Ablagerungsverfahren hergestellt, in dem dünne Schichten von aufgedampftem Aluminium auf einer dünnen Plastikträgerfolie wie beispielsweise Polyester oder Polypropylen gebildet werden, mit dazwischen liegenden Schichten von vernetzten Polymeren zwi-

schen den aufgedampften Aluminiumschichten. Die vernetzten Polymerschichten sind typischerweise ein polymerisiertes Acrylat, welches in Form eines aufgedampften Acrylatmonomers abgelagert wird. Das mehrschichtige Folienmaterial wird zu Mehrschichtplättchen gemahlen, welche in Bezug auf ihre optischen Eigenschaften nützlich sind. Beschichtungen, die aus solchen Mehrschichtplättchen hergestellt werden, neigen dazu, eine hohe diffuse Reflexion und eine niedrige Spektralreflektion zu haben. Die Plättchen weisen ein niedriges Seitenverhältnis und eine unerwünscht niedrige Opazität auf, wenn sie in einer Tinte verwendet werden. Die Materialien, die aus diesem Verfahren resultieren, weisen mehrere Schichten auf, die nicht in individuelle Schichten getrennt werden können, um Plättchen zu bilden mit einem hohen Seitenverhältnis und einem hohen Grad an Mikrooberflächenglätte (Helligkeit).

**[0006]** Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, die Anzahl der Herstellungsschritte und die resultierenden Kosten zur Herstellung von hochreflektierenden Metallplättchen mit hohem Seitenverhältnis, zu reduzieren.

#### Zusammenfassung der Erfindung

**[0007]** Die vorliegende Erfindung umfasst ein Plättchenherstellungsverfahren, in dem ein mehrschichtiger Film aufgebracht wird, entweder auf eine dünne, flexible Polymerträgerfolie wie beispielsweise Polyester, oder auf eine polierte Metallgussoberfläche wie beispielsweise eine Metalltrommel. In jedem Fall wird das Verfahren in einer Vakuumablagerungskammer ausgeführt. In einer Ausführungsform, in der der mehrschichtige Film auf eine Polyesterträgerfolie (PET) aufgebracht wird, kann der Polyesterfilm dünner sein als 0,0127 mm (50 Gauge) und der Film kann mit Glättungs- und Trennschichten vorbehandelt werden. Die Vakuumkammer ist ausgestattet mit mehreren Beschichtungs- und Ablagerungsquellen. Organische Materialien können mittels Flüssigkeitsapplikatoren oder Sprühseinrichtungen abgelagert werden und UV- oder EB-gehärtet werden. Die Ablagerungsquellen können Aufdampfungen bei angehobenen Temperaturen sein, verursacht durch Induktionsheizen oder EB (Elektronenstrahl). Luft wird aus der Kammer evakuiert und der PET-Film wird über die Beschichtungs- und Ablagerungsquellen hinaus abgewickelt, während er in Kontakt mit einer Kühltrömmel gehalten wird. Alternierende Schichten von Materialien können auf die sich bewegende PET-Bahn aufgebracht werden. Ein Beispiel ist ein lösungsmittel-lösliches organisches Polymermaterial (von ungefähr 200 bis ungefähr 400 Å), gefolgt von einer Schicht aus Metall wie beispielsweise Aluminium (150 bis 250 Å), gefolgt von einer anderen Schicht der lösungsmittel-löslichen Beschichtung. Andere Metalle oder anorganische Verbindungen können gegen das Aluminium ausgetauscht werden. Durch Umkehren des Bahnweges und Inaktivieren der zweiten Beschichtungsquelle und anschließender Wiederholung des ersten Schritts können viele Schichten auf das PET aufgebracht werden, ohne das Vakuum zu beeinträchtigen, wodurch die Produktivität erhöht werden kann. Zusätzliche schützende Schichten können auf jeder Seite der Aluminiumschichten abgelagert werden, indem zwei zusätzliche Ablagerungsquellen zwischen den Beschichtungs- und Metallablagerungsquellen angeordnet werden. Das mehrschichtige beschichtete PET wird in ein Lösungsmittel-Abziehverfahren eingeführt, um die Schichtstruktur von dem PET zu entfernen. Das Lösungsmittel wird dann zentrifugiert, um einen Kuchen aus konzentrierten Plättchen zu bilden.

**[0008]** In einer alternativen Ausführungsform werden dieselben Beschichtungs- und Ablagerungstechniken verwendet, um alternierende Schichten direkt auf eine trennbeschichtete Kühltrömmel aufzubringen, welche in der Vakuumablagerungskammer enthalten ist. Die Trommel wird bis über die Beschichtungs- und Ablagerungsquellen hinaus gedreht, um eine mehrlagige Schichtstrukturfolie zu bilden, die später von der Trommel entfernt wird. Die mehrlagige Folie wird anschließend direkt in ein Lösungsmittel eingeführt, mit oder ohne geeignete Agitation. Sie kann zu rauen Plättchen gemahlen werden, die auch luftgemahlen werden können, um weiterhin die Partikelgröße zu vermindern, und anschließend in einen lösungsmittelhaltigen Schlamm eingeführt werden, um es den verbleibenden Schichten zu ermöglichen, getrennt zu werden. Das Lösungsmittel kann durch Zentrifugieren entfernt werden, um einen Kuchen aus konzentrierten Metallplättchen zu bilden.

**[0009]** Der Kuchen aus konzentrierten Plättchen oder der Schlamm aus Lösungsmittel und Plättchen kann anschließend abgelassen werden, in ein bevorzugtes Bindemittel und weiter verklebt und homogenisiert werden zur endgültigen Verwendung in Tinten, Farben oder Beschichtungen.

**[0010]** Diese oder andere Aspekte der Erfindung werden noch deutlicher unter Bezugnahme auf die folgende detaillierte Beschreibung und die beiliegenden Zeichnungen.

#### Zeichnungen

**[0011]** Fig. 1 ist ein schematisches funktionales Blockdiagramm, welches ein Stand-der-Technik-Verfahren zur Herstellung von Metallplättchen darstellt.

[0012] **Fig.** 2 ist eine schematische Aufrissansicht, die eine Vakuumablagerungskammer zur Aufbringung einer mehrlagigen Beschichtung in einer ersten Ausführungsform eines Verfahrens gemäß dieser Erfindung, darstellt.

[0013] **Fig.** 3 ist eine schematische Querschnittsansicht, die eine Abfolge von Schichten in einer Ausführungsform des mehrlagigen Folienmaterials gemäß dieser Erfindung darstellt.

[0014] **Fig.** 4 ist eine schematische Querschnittsansicht, die ein mehrlagiges Folienmaterial, welches gemäß einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung hergestellt wurde, darstellt.

[0015] **Fig.** 5 ist ein funktionales Blockdiagramm, welches schematisch Verfahrensschritte in der ersten Ausführungsform dieser Erfindung darstellt.

[0016] **Fig.** 6 ist eine schematische Querschnittsansicht, die einlagige Metallplättchen, die durch das Verfahren dieser Erfindung hergestellt wurden, darstellt.

[0017] **Fig.** 7 ist eine schematische Querschnittsansicht von mehrlagigen Plättchen, die gemäß dem Verfahren dieser Erfindung hergestellt wurden.

[0018] **Fig.** 8 ist eine schematische Aufrissansicht, welche eine zweite Ausführungsform zur Herstellung der Metallplättchen dieser Erfindung darstellt.

[0019] **Fig.** 9 ist ein funktionales Blockdiagramm, welches schematisch Verfahrensschritte zur Herstellung von Metallplättchen aus dem mehrlagigen Material, welches gemäß der zweiten Ausführungsform dieser Erfindung hergestellt wurde, darstellt.

#### Detaillierte Beschreibung

[0020] Um bestimmte Aspekte dieser Erfindung besser zu würdigen, wird Bezug genommen auf **Fig.** 1, die ein Stand-der-Technik-Verfahren zur Herstellung von Metallplättchen gemäß einem derzeit verwendeten Verfahren der Avery Dennison Corporation zur Herstellung von Plättchen zeigt, welche unter der Bezeichnung Metallure verkauft werden. Gemäß diesem Stand-der-Technik-Verfahren werden beide Seiten einer Polyesterträgerfolie **10** tiefdruckbeschichtet bei **12** mit einer auf Lösungsmittel basierenden Harzlösung **14**. Die getrocknete beschichtete Bahn wird anschließend zu einer metallisierenden Einrichtung **16** transportiert, wo beide Seiten der beschichteten und getrockneten Trägerfolie mit einem dünnen Film aus aufgedampften Aluminium metallisiert werden. Die resultierende mehrlagige Folie wird dann für weitere Bearbeitungsschritte zu einer Einrichtung bei **18** transportiert, wo die Beschichtungen von dem Träger abgezogen werden, in einem Lösungsmittel wie beispielsweise Aceton, um einen auf Lösungsmittel basierenden Schlamm **20** zu bilden, der die Beschichtung von den Plättchen ablöst. Der Schlamm wird dann einer Schallbehandlung und einer Zentrifugation ausgesetzt, um das Aceton und die aufgelöste Beschichtung zu entfernen, wobei ein Kuchen **22** aus konzentrierten Aluminiumplättchen zurückbleibt. Die Plättchen werden anschließend in ein Lösungsmittel abgelassen und bei **24** einer Partikelgrößenkontrolle unterzogen, wie beispielsweise durch Homogenisieren.

[0021] Dieses Verfahren hat sich als besonders erfolgreich erwiesen bei der Herstellung von dünnen Metallplättchen mit hohem Seitenverhältnis und hoher spektraler Reflektion. (Das Seitenverhältnis ist das Verhältnis der durchschnittlichen Partikelgröße geteilt durch die durchschnittliche Partikeldicke.) Trotz des Erfolgs des Metallure-Verfahrens, wäre es wünschenswert die Produktionskosten zu senken, weil der wiederholte Transport der beschichteten Bahn zwischen den Tiefdruckbeschichtungs- und Metallisierungseinrichtungen die Produktionskosten erhöht. Es gibt auch Produktionskosten, die damit zusammenhängen, dass der PET-Träger nicht wiederverwendbar ist nach den Abziehschritten.

[0022] Die **Fig.** 2 bis 5 stellen eine Ausführungsform eines Verfahrens zur Herstellung der Metallplättchen dar, wie sie in den **Fig.** 6 und 7 gezeigt werden. **Fig.** 2 zeigt eine Vakuumaufdampfkammer **30**, welche geeignete Beschichtungs- und Metallisierungseinrichtungen beinhaltet zur Herstellung der mehrlagigen Plättchen **32** aus **Fig.** 7. Alternativ dazu können bestimmte Beschichtungseinrichtungen in der Vakuumkammer gemäß **Fig.** 2 deaktiviert werden zur Herstellung der einlagigen Plättchen **34** gemäß **Fig.** 6, was durch die folgende Beschreibung offensichtlich wird.

[0023] Unter Bezugnahme wiederum auf **Fig.** 2 beinhaltet die Vakuumaufdampfkammer **30** eine Vakuumquelle (nicht gezeigt), die auf herkömmliche Weise verwendet wird zur Evakuierung solcher Aufdampfkam-

mern. Vorzugsweise wird die Vakuumkammer auch eine Hilfs-Turbopumpe (nicht gezeigt) enthalten, um das Vakuum auf einem notwendigen Niveau innerhalb der Kammer zu halten, ohne das Vakuum zu beeinträchtigen. Die Kammer beinhaltet auch eine gekühlte polierte Metalltrommel **36**, auf der eine mehrlagige Schichtstruktur **38** produziert wird. Diese Ausführungsform der Erfindung wird zuerst beschrieben unter Bezugnahme auf die Herstellung der Plättchen **32** gemäß **Fig. 7**, welche eine innere metallisierte Filmschicht **40** und äußere Schichten **42** eines schützenden Beschichtungsmaterials umfassen, die mit den Seiten des Metallfilms verbunden ist.

**[0024]** Die Vakuumaufdampfkammer beinhaltet geeignete Beschichtungs- und Vakuumaufdampfquellen, welche umfänglich um die Trommel herum voneinander beabstandet sind, um auf die Trommel eine lösungsmittel-lösliche oder lösbare Trennbeschichtung aufzubringen, eine schützende äußere Beschichtung, eine Metallschicht, eine weitere schützende äußere Beschichtung für die Metallschicht und eine weitere Trennschicht, in dieser Reihenfolge. Genauer gesagt umfassen diese Quellen der Beschichtungs- und Aufdampfeinrichtungen, die innerhalb der Vakuumaufdampfkammer enthalten sind (unter Bezugnahme auf **Fig. 2**) eine Trennsystemquelle **44**, eine erste schützende Beschichtungsquelle **46**, eine Metallisierungsquelle **48** und eine zweite schützende Beschichtungsquelle **50**. Diese Beschichtungs- und/oder Aufdampfquellen sind umfänglich um die Trommel herum voneinander beabstandet, so dass, wenn die Trommel rotiert, dünne Schichten aufgebaut werden können, um die mehrlagige Beschichtungs-Schichtstruktur **36** zu bilden, wie beispielsweise in dieser Reihenfolge: Trennschicht-Beschichtung-Metall-Beschichtung-Trennschicht-Beschichtung-Metall-Beschichtung-Trennschicht, usw. Diese Reihenfolge der Schichten, die in der mehrlagigen Schichtstruktur **38** aufgebaut sind, wird schematisch in **Fig. 4** dargestellt, die ebenfalls die Trommel **36** als Träger in diesem Falle darstellt.

**[0025]** In einer Ausführungsform ist die Trennbeschichtung entweder lösungsmittel-löslich oder lösbar aber dazu geeignet als eine glatte gleichmäßige Trennschicht abgelagert zu werden, welche die Metallschichten voneinander trennt, eine glatte Oberfläche zum Aufdampfen der dazwischen liegenden Metallschichten bereitstellt, und getrennt werden kann, wie beispielsweise indem sie aufgelöst wird, wenn später die Metallschichten voneinander getrennt werden. Die Trennbeschichtung ist ein lösbares Material, welches eine Glasübergangstemperatur (TG) oder eine Schmelzresistenz aufweist, die ausreichend hoch ist, so dass die Kondensationswärme der aufgedampften Metallschicht (oder einer anderen Plättchen enthaltenden Schicht) nicht die vorher abgelagerte Trennschicht zum Schmelzen bringt. Die Trennschicht muss der Umgebungswärme innerhalb der Vakuumkammer standhalten, zusätzlich zu der Kondensationswärme der aufgedampften Metallschicht. Die Trennbeschichtung wird in Lagen aufgebracht, um verschiedene Materialien und Stapel von Materialien zu trennen, um ihnen zu gestatten, später durch das Auflösen der Trennschicht getrennt zu werden. Eine möglichst dünne Trennschicht ist wünschenswert, da sie leichter aufzulösen ist, und weniger Rückstände in dem fertigen Produkt verbleiben. Die Kompatibilität mit verschiedenen Druck- und Farbsystemen ist ebenfalls wünschenswert. Diese Trennbeschichtungen können in jeder von verschiedenen Formen vorliegen. Die Trennbeschichtung kann ein lösungsmittel-lösliches Polymer sein, vorzugsweise ein thermoplastisches Polymer, welches in einem organischen Lösungsmittel auflösbar ist. Die Trennbeschichtungsquelle **44** kann in diesem Falle eine geeignete Beschichtungseinrichtung sein, zur Aufbringung des Polymermaterials als heiße Schmelzschicht oder zum Extrudieren des Trennbeschichtungspolymers direkt auf die Trommel. Als eine weitere Alternative kann die Trennbeschichtungseinrichtung eine Aufdampfquelle sein, welche ein geeignetes Monomer oder Polymer atomisiert, und es auf die Trommel oder die Schichtstruktur aufbringt. In jedem Fall gefriert das Trennmateriale um fest zu werden, wenn es entweder die gekühlte Trommel oder die mehrlagige Schichtstruktur berührt, die auf der gekühlten Trommel aufgebaut wurde. Die Dicke des mehrlagigen Films, der auf der Kühl-trommel aufgebaut wurde, weist eine Dicke auf, die ausreichend ist, um es der gekühlten Trommel zu ermöglichen, genügend Wärme durch den Film zu ziehen, um geeignet zu sein, die Trennschicht zu verfestigen, die auf der äußeren Oberfläche der Metallschicht aufgebracht wurde. Ein alternatives polymeres Trennbeschichtungsmaterial kann eine leicht vernetzte polymere Beschichtung sein, welche, obwohl nicht löslich, in einem geeigneten Lösungsmittel aufquillt, und sich von dem Metall abtrennt. Zusätzlich kann ein auflösbares Trennmateriale ein polymeres Material aufweisen, welches eher mittels einer Kettenverlängerung polymerisiert wurde, als durch Vernetzung.

**[0026]** Gegenwärtig bevorzugte Polymertrennbeschichtungen sind Styrolpolymere, Acrylharze und Mischungen davon. Cellulosehaltige Materialien können geeignete Trennmateriale sein, wenn sie in der Lage sind, beschichtet oder aufgedampft zu werden, ohne die Trenneigenschaften in schädlicher Weise zu beeinflussen.

**[0027]** Gegenwärtig bevorzugte organische Lösungsmittel zum Auflösen der polymeren Trennschicht umfassen Aceton, Ethylacetat und Toluol.

**[0028]** Als eine weitere Alternative kann die auflösbare Trennschicht ein wachsartiges Material aufweisen,

vorzugsweise ein Wachs mit hoher Siedetemperatur, welches destillierbar ist und auf die Trommel oder die Schichtstruktur aufgedampft wird.

**[0029]** Nach der Aufbringung der Trennbeschichtung bewegt sich die Trommel an der ersten schützenden Beschichtungsquelle **46** vorbei, um eine schützende Schicht auf die Trennbeschichtung aufzubringen. Diese schützende Schicht kann ein aufgedampftes funktionales Monomer sein, wie beispielsweise ein Acrylat- oder Methacrylat-Material, welches anschließend ausgehärtet wird durch EB-Strahlung oder Ähnliches, zum Vernetzen oder Polymerisieren des Beschichtungsmaterials; oder das schützende Material kann eine dünne Schicht eines strahlungsausgehärteten Polymers sein, die später aufgebrochen werden kann zu Plättchen. Alternativ dazu kann die schützende Schicht ein inertes, unlösliches unorganisches Material sein, welches eine harte Klarbeschichtung bildet, welche sich mit beiden Seiten der Metallschicht verbindet. Wünschenswerte schützende Beschichtungen sind harte dichte Materialien, die in alternierenden Lagen mit Metall, wie beispielsweise Aluminium aufgebracht werden können, um einen Grad an Verschleißfestigkeit, Verwitterungsschutz, und Wasser- und Säurefestigkeit bereitzustellen. Beispiele von schützenden Materialien werden unten beschrieben.

**[0030]** Die rotierende Trommel transportiert anschließend die Beschichtung an der Metallisierungsquelle **48** vorbei zum Aufdampfen einer Schicht von Metall, wie beispielsweise Aluminium, auf die Beschichtungsschicht. Eine Anzahl von Metallen oder anorganischen Verbindungen kann aufgebracht werden als ein Dünnfilm, der abgetrennt ist durch andere Materialien und Trennschichten, so dass sie später zu dünnen Metallplättchen separiert werden können. Zusätzlich zu Aluminium, umfassen solche Materialien Kupfer, Silber, Chrom, Nickelchrom, Zinn, Zink, Indium und Zinksulfid. Metallbeschichtungen können auch mehrfach gerichtete reflektionsverstärkende Stapel (Schichten von hoch reflektierendem Material) umfassen, oder optische Filter, die hergestellt werden, indem geeignete Schichten von kontrollierter Dicke und Brechungsindex aufgebracht werden.

**[0031]** Anorganische Materialien wie beispielsweise Oxide und Fluoride können aufgebracht werden, um schützende Beschichtungen oder dünne Schichten zu produzieren, welche separiert und zu Flocken verarbeitet werden können. Solche Beschichtungen umfassen Magnesiumfluorid, Silikonmonoxid, Silikondioxid, Aluminiumoxid, Aluminiumfluorid, Indiumzinnoxid und Titandioxid.

**[0032]** Die rotierende Trommel transportiert anschließend den Stapel vorbei an der Seitenbeschichtungsquelle **50**, um wiederum eine ähnliche schützende Beschichtungsschicht auf den metallisierten Film aufzubringen, wie beispielsweise durch Aufdampfen und Aushärten eines harten schützenden Polymermaterials oder anorganischen Materials.

**[0033]** Das Rotieren der Trommel transportiert anschließend das Schichtstrukturmaterial im vollen Umlauf wieder an der Trennbeschichtungsquelle vorbei usw. in Reihenfolge, um die beschichteten Metallschichten aufzubauen.

**[0034]** Geeignete Ablagerungsquellen umfassen EB-, Widerstands-, Zerstäubungs- und Plasmaablagerungstechniken zum Aufbringen oder Aufziehen von dünnen Beschichtungen von Metallen, anorganischen Substanzen, Wachsen, Salzen und Polymeren in einem Vakuum auf einer glatten Oberfläche, um dünne dazwischenliegende Schichten zu produzieren.

**[0035]** Wenn die mehrlagige Schichtstruktur einmal in der Vakuumaufdampfkammer hergestellt wurde, ist sie anschließend bereit, von der Trommel entfernt zu werden und einer weiteren Bearbeitung ausgesetzt zu werden, wie in **Fig. 5** dargestellt.

**[0036]** Das kontinuierliche Verfahren zum Aufbau der mehrlagigen Schichtstruktur wird bei **52** in **Fig. 5** gezeigt. Die mehrlagige Schichtstruktur wird dann von der Trommel bei **54** abgezogen, mittels eines Verfahrens, in dem die Schichten, welche durch das Trennmaterial getrennt werden, auseinander gebrochen werden, zu einzelnen Schichten. Die Schichtstrukturschichten können abgezogen werden, indem sie direkt in ein Lösungsmittel gegeben werden, oder durch Verkleinern und Mahlen oder Abschaben. In der dargestellten Ausführungsform wird die mehrlagige Schichtstruktur einem Mahlvorgang bei **56** ausgesetzt, um Rauplättchen **58** zu produzieren. Die Rauplättchen werden dann gemischt mit einem geeigneten Lösungsmittel in einem Schlamm **60** zur Ablösung des Trennbeschichtungsmaterials von der Oberfläche der mehrlagigen Plättchen **32**. Alternativ kann die mehrlagige Schichtstruktur von der Trommel abgezogen werden und in einzelne Lagen zerbrochen werden durch einen Schritt **63**, bei dem das in Lagen ausgebildete Material direkt in das Lösungsmittel bei **60** gegeben wird. Das Trennbeschichtungsmaterial, welches in der Vakuumaufdampfkammer aufgebracht wird, wird so ausgewählt, dass das Trennmaterial lösbar ist von den Plättchen, durch das Lösungsmittel

in dem Aufschlammverfahren. In einer Ausführungsform wird der Schlamm einem Zentrifugierschritt **61** ausgesetzt, so dass das Lösungsmittel entfernt wird, um einen Kuchen aus konzentrierten Plättchen zu produzieren. Der Kuchen aus konzentrierten Plättchen kann anschließend abgelassen werden in einen bevorzugten Träger in einem Partikelgrößenkontrollschrift **62**, um weiter klassiert und homogenisiert zu werden für die endgültige Verwendung der Plättchen zum Beispiel in Tinten, Farben oder Beschichtungen. Alternativ können die Plättchen in ein Lösungsmittel (ohne Zentrifugieren) abgelassen werden und der Partikelgrößenkontrolle bei **62** unterzogen werden.

**[0037]** Als eine alternative Verfahrenstechnik können die mehrlagigen Schichtstrukturen aus der Trommel entfernt werden und "luftgemahlen" werden (Inertgas sollte verwendet werden, um Feuer oder Explosionen zu verhindern.) oder anderweitig reduziert werden zu einer kleinen Partikelgröße, gefolgt von einer Behandlung dieses Materials in einem zwei Schritte umfassenden Lösungsmittelverfahren. Zuerst wird ein kleiner Betrag an Lösungsmittel verwendet, um das Quellverfahren zu beginnen, in dem die Trennbeschichtungsschichten aufgelöst werden. Ein anderes zweites Lösungsmittel wird dann hinzugegeben als ein fertiges Lösungsmittel zum Komplettieren des Trennbeschichtungsauflösungsverfahrens und zur Verbesserung der Kompatibilität mit der fertigen Tinte oder Beschichtung. Dieses Verfahren verhindert nachfolgende Zentrifugier- und Homogenisierschritte.

**[0038]** In einer alternativen Ausführungsform zur Verwendung der Vakuumkammer **30** kann Ausrüstung aus **Fig. 2**, nämlich die schützenden Beschichtungsquellen **46** und **50** weggelassen werden. Das Verfahren kann verwendet werden zur Herstellung der einlagigen Plättchen **34**, die in **Fig. 6** gezeigt werden. In diesem Falle umfasst der Aufbau von Schichten auf der Trommel **36**, um die mehrlagige Schichtstruktur **38** zu bilden, aufeinanderfolgende Schichten von Trennschicht-Metall-Trennschicht-Metall-Trennschicht, usw. wie bei **64** in **Fig. 3** gezeigt.

**[0039]** Viele verschiedene Materialien und Stapel von Materialien können konstruiert werden, wobei sie übereinander geschichtet werden mit lösbarer Trennschichten, die ihnen gestatten, voneinander getrennt zu werden, durch Auflösung des Trennmaterials. Beispiele für solche Konstruktionen sind: (1) Trennschicht/Metall/Trennschicht; (2) Trennschicht/schützende Schicht/Metall/schützende Schicht/Trennschicht; (3) Trennschicht/Nicht-Metall-Schicht/Trennschicht; und (4) Trennschicht/mehrfach gerichteter reflektionsverstärkender Stapel/Trennschicht.

**[0040]** Die **Fig. 8** und **9** stellen ein alternatives Verfahren dar zur Herstellung der Plättchen, die in den **Fig. 6** und **7** illustriert werden. In der Ausführungsform, die in **Fig. 8** illustriert wird, umfasst die Verfahrensausrüstung eine Vakuumaufdampfkammer **66**, die eine gekühlte rotierende Trommel **68** und einen flexiblen unlöslichen Polyesterträgerfilm **70** beinhaltet, der sich von einer ersten reversiblen Wickelstation **72** um eine Länge der Oberfläche der Trommel herum zu einer zweiten reversiblen Wickelstation **73** erstreckt. Die Länge der Umschlingung auf der Trommel wird durch zwei Leitrollen **74** gesteuert. Diese Vakuumkammer umfasst auch die Standardvakumpumpe und eine Hilfsturbopumpe, um das Vakuumniveau während der Beschichtungsvorgänge beizubehalten. Die Drehung der Trommel veranlasst den Polyesterfilm, sich an einer ersten Trennbeschichtungsquelle **76**, einer ersten schützenden Beschichtungsquelle **78**, einer metallisierenden Quelle **80**, einer zweiten schützenden Beschichtungsquelle **82** und einer zweiten Trennbeschichtungsquelle **84**, in dieser Reihenfolge, vorbeizubewegen. Deshalb wird, während die Trommel in einer Richtung gegen den Uhrzeigersinn unter Bezugnahme auf **Fig. 8** rotiert, die gesamte Länge des Polyesterträgers von der Station **72** abgewickelt und auf die Station **73** aufgenommen, nachdem er durch die Beschichtungsverfahren geleitet wurde, in der Reihenfolge der Quellen **76**, **78**, **80**, **82** und **84**. Der Polyesterträger wird dann abgewickelt indem der Weg der Bahn umgekehrt wird, und indem die zweite Trennbeschichtungsquelle **84** inaktiviert wird, und anschließend der erste Schritt wiederholt wird, allerdings in einer umgekehrten Richtung (im Uhrzeigersinn) so dass die Beschichtungen als nächstes aufgebracht werden von den Quellen **82**, **80**, **78** und **76**, in dieser Reihenfolge. Der gesamte PET-beschichtete Film wird dann auf die Station **72** aufgenommen und die Reihenfolge der Schritte wird anschließend wiederholt, um Schichten auf dem Film aufzubauen, in derselben Reihenfolge, die verwendet wurde, um die mehrlagige Schichtstruktur **38** gemäß **Fig. 4** (und die resultierenden beschichteten Metallplättchen **32** gemäß **Fig. 7**) zu bilden.

**[0041]** Alternativ wird die mehrlagige Schichtstruktur **64**, wie in **Fig. 3** dargestellt, aufgebaut, indem die schützenden Beschichtungsquellen **78** und **82** inaktiviert werden, für den Fall, dass die einlagigen Metallplättchen gemäß **Fig. 34** produziert werden sollen.

**[0042]** **Fig. 9** zeigt das Verarbeiten der mehrlagigen Beschichtungsschichtstruktur **86**, die auf dem Polyesterfilm aufgebaut ist, welche aus der Vakuumkammer **66** entfernt wird und bei **88** in ein Abziehverfahren mit or-

ganischen Lösungsmittel eingeführt wird, um das Schichtstrukturmaterial von dem PET zu entfernen. Das Lösungsmittel wird anschließend einer Zentrifugation ausgesetzt, um einen Kuchen **90** aus konzentrierten Plättchen zu produzieren, welcher später eine Partikelgrößenkontrolle (Homogenisierung bei **92**) unterzogen wird.

**[0043]** Geeignete Träger, auf denen das mehrlagige Schichtstrukturmaterial abgelagert werden kann, müssen sicherstellen, dass die Ablagerungen von dünnen Schichten glatt und flach sind. Polyesterfilme oder andere polymere Filme mit einer hohen Zugfestigkeit und einer Widerstandsfähigkeit gegen hohe Temperaturen können verwendet werden, zusammen mit Metalltrommeln, Gurten oder Platten, die aus Edelstahl oder verchromt sein können. In einer Ausführungsform der Erfindung werden polymere Trennbeschichtungen aufgebracht, um ein späteres Abtrennen der Plättchenschichten, die in dem mehrlagigen Schichtstrukturmaterial aufgebaut sind, zu erleichtern. Die Verwendung von vernetzten Polymerschichten gemäß dem Stand der Technik, welche zwischen aufgedampften Metallschichten in einem Polymer/Metallaufdampfverfahren gebunden sind, verhindert eine spätere Trennung der metallisierten Schichten zu Plättchen. Die Polymerisierung der Polymerschichten wie beispielsweise durch EB-Aushärten, verhindert ein anschließendes Rückauflösen der Polymerschichten, und somit lassen sich die Aluminiumplättchenschichten nicht leicht trennen. In dem vorliegenden Verfahren werden die dazwischenliegenden Polymerschichten schmelzbeschichtet oder beschichtet, wie beispielsweise durch Schmelzbeschichten oder Extrusion, während sie sich in einem Vakuum in der Vakuumablagerungskammer befinden. Das polymere Trennmaterial ist vorzugsweise ein fließfähiges, niedrig viskoses, ein relativ niedriges Molekulargewicht aufweisendes, sehr sauberes Polymer oder Monomer, welches im wesentlichen frei ist von jeglichen flüchtigen Anteilen, die während des Beschichtungsverfahrens freigesetzt würden. Solch ein Material ist vorzugsweise keine Mischung aus verschiedenen Polymermaterialien, inklusive Additiven, Lösungsmitteln und ähnlichem. Wenn das Polymermaterial auf seine Schmelz- oder Beschichtungs- oder Ausbringungstemperatur geheizt wird, wird der kontinuierliche Betrieb der Vakuumpumpe in der Vakuumkammer nicht nachteilig von flüchtigen Anteilen beeinflusst. Das bevorzugte Trennbeschichtungsmaterial fördert die zwischenschichtliche Trennung zwischen alternierenden vakuumabgelagerten Metallschichten. Die Trennschicht erreicht dieses Ziel, indem sie in einem geeigneten Lösungsmittel auflösbar ist. Das Trennmaterial ist auch metallisierbar und benötigt auch eine ausreichende Adhäsion, um einen Stapelaufbau auf einer rotierenden Trommel zu ermöglichen, sowie EB-verdampfbar zu sein. Das gewünschte Trennbeschichtungsmaterial muss ein ausreichend hohes Molekulargewicht oder eine hohe Schmelzfestigkeit haben, so dass es einem Wärmeaufbau auf der Trommel oder anderen Trägern widersteht, ohne fließfähig zu werden. Wärmeaufbau kommt nicht nur von dem Metall, welches auf die Trennschicht aufgebracht wird, sondern auch von dem Betrieb der Ablagerungsquellen innerhalb der Kammer. Die Fähigkeit der Trennschicht, der Fließfähigkeit zu widerstehen, sorgt dafür das Plättchen mit hohem Glanz produziert werden können, weil die Trennbeschichtungssoberfläche, auf der das Metall abgelagert wird, glatt bleibt. Das Trennmaterial muss auch ein solches sein, das die Wärme der EB-Ablagerung übersteht. Es darf auch kein Material sein, wie beispielsweise bestimmte Materialien mit niedrigem Molekulargewicht, welche den Vakuumdruck, welcher innerhalb der Kammer gehalten wird, nachteilig beeinflussen, d. h. einen Vakuumverlust in der Kammer zu erzeugen. Das Beibehalten eines minimalen Betriebsvakuums in der Kammer ist notwendig, um die Produktionsgeschwindigkeit beizubehalten, ohne das Vakuum zu brechen. Während dem nachfolgenden Abziehen und der Behandlung mit organischen Lösungsmitteln, wird im Wesentlichen das ganze Trennschichtmaterial von den Plättchen entfernt. Indem jedoch ein kleiner Betrag von Trennbeschichtungsmaterial auf den Plättchen verbleiben kann, nachdem die Metallschichten zu Partikeln zerkleinert wurden, kann das System einem gewissen Rückstand von der Trennbeschichtung widerstehen, insbesondere wenn die Plättchen nachfolgend in Acryldruckfarben oder Farben oder Beschichtungssystemen verwendet werden, in denen die Plättchen kompatibel sind.

**[0044]** In den Ausführungsformen, in denen das Trennbeschichtungsmaterial eine wachsähnliche Substanz aufweist, ist das bevorzugte Material ein aufgedampftes Material, welches einen hohen Siedepunkt aufweist und destillierbar ist. Obwohl wachsartige Trennbeschichtungen schwer von den Metallschichten entfernt sein können, können bestimmte heiße aggressive Lösungsmittel verwendet werden, um die Wachstrennbeschichtung von den Metallschichten abzulösen ohne die Plättchen zu beeinträchtigen. Der Destillierpunkt für das Wachs während des Beschichtungsverfahrens liegt bei einer ausgewählten Temperatur, bei der das Wachs fließfähig ist und zerstäubt, um sich auf dem Metall abzulagern, ohne ungewünschte flüchtige Anteile freizusetzen. Wenn die Wachssubstanz auf das mehrlagige Material ausgespritzt wird, bewirkt die niedrige Temperatur der rotierenden Trommel, dass es friert oder fest wird, als eine kontinuierliche wachsartige Trennschicht. Das bevorzugte Wachsmaterial ist eines, welches Additive mit niedriger Siedetemperatur vermeidet und ähnliche Materialien welche, wenn sie in dem Heizvorgang freigesetzt werden, die Vakuumpumpe beeinträchtigen würden, die die Vakuumablagerungskammer evakuiert hält. Silikon- und Polyethylenwachse, die in organischen Lösungsmitteln mit hohem Siedepunkt lösbar sind, sind wünschenswert. Andere Möglichkeiten sind Feststoffe bei Raumtemperatur, die bei gehobenen Temperaturen einen ausreichenden Dampfdruck aufweisen, um dampfbeschichtet zu werden.

**[0045]** Unter Bezugnahme auf die Ausführungsform gemäß Fig. 2, wird die mehrlagige Schichtstruktur hergestellt, indem die Beschichtungen direkt auf die rotierende Trommel aufgebracht werden, und dies ist ein gewünschtes Verfahren, weil es niedrigere Produktionskosten zur Folge hat, als das Verfahren, bei dem ein PET-Träger beschichtet wird. Jeder solcher Zyklus hat zur Folge, dass das Vakuum gebrochen wird, die Schichtstrukturschicht herausgenommen wird zur weiteren Bearbeitung außerhalb der Vakuumkammer, und das Vakuum wieder hergestellt wird. Die Geschwindigkeit, bei der das Verfahren zum Aufbau von Schichten betrieben werden kann, kann variieren von ungefähr 2,54 bis 10,16 m/s (500 bis 2000 Fuss/min). Das Metallisieren ausschließlich in dem Vakuum kann bei höheren Geschwindigkeiten betrieben werden. Aushärte- oder Schmelzbeschichtungsquellen können die Produktionsgeschwindigkeit begrenzen. In den Ausführungsformen in denen einlagige Metallplättchen produziert werden, weisen die Plättchen hohe Seitenverhältnisse auf. Dies wird teilweise begünstigt durch die Fähigkeit, die dazwischen liegenden Trennbeschichtungsschichten sauber von den metallisierten Plättchen zu entfernen. Bei wärmegehärteten oder vernetzten Polymerschichten, die zwischen den Metallschichten verbunden sind, können die Schichten nicht leicht getrennt werden, und die resultierenden Plättchen weisen niedrigere Seitenverhältnisse auf. In einer Ausführungsform erzeugt das Verfahren gemäß dieser Erfindung einlagige reflektierende Aluminiumplättchen von ungefähr 200 bis 400 Å Dicke und ungefähr  $4 \times 12 \mu\text{m}$  Partikelgröße.

**[0046]** Die Trennbeschichtungsmaterialien werden in äußerst dünnen Schichten von ungefähr 0,1 bis ungefähr 0,2 µm aufgebracht für beschichtete Schichten und ungefähr 200 bis 400 Å für EB-aufgebrachte Schichten.

**[0047]** In den Ausführungsformen, in denen die Metallplättchen auf gegenüberliegenden Seiten mit den schützenden Polymerfilmschichten beschichtet werden, werden die schützenden Beschichtungsschichten aufgebracht mit einer Dicke von ungefähr 150 Å oder weniger. Ein bevorzugtes schützendes Beschichtungsmaterial ist Silikondioxid oder Siliconmonoxid und möglicherweise Aluminiumoxid. Andere schützende Beschichtungen können Aluminiumfluorid, Magnesiumfluorid, Indiumzinnoxid, Indiumoxid, Kalziumfluorid, Titanoxid und Natriumaluminiumfluorid enthalten. Eine bevorzugte schützende Beschichtung ist kompatibel mit dem Druckfarb- oder Beschichtungssystem, in dem die Plättchen letztlich verwendet werden. Die Verwendung von schützenden Beschichtungen auf den Metallplättchen wird das Seitenverhältnis der fertigen Plättchenprodukte vermindern, obwohl das Seitenverhältnis dieser mehrlagigen Plättchen noch immer höher ist als das Seitenverhältnis von herkömmlichen Plättchen. Es sind jedoch solche Plättchen steifer als die einlagigen Plättchen und diese von den klaren, glasartigen beschichteten Metallplättchen bereitgestellte Steifigkeit kann in manchen Fällen, die beschichteten Plättchen verwendbar machen, für chemische Aufdampfverfahren (CVD) mit flüssigem Bett zur Aufbringung bestimmter optischer oder funktionaler Beschichtungen direkt auf die Plättchen. Ein Beispiel sind OVD-Beschichtungen. CVD-Beschichtungen können zu den Plättchen hinzugefügt werden, um zu verhindern, dass die Plättchen anfällig werden gegenüber Angriffen von anderen Chemikalien oder Wasser. Es können auch farbige Plättchen produziert werden wie beispielsweise mit Gold oder Eisenoxid beschichtete Plättchen. Andere Verwendungen für die beschichteten Plättchen liegen in feuchtigkeitsresistenten Plättchen, in denen die Metallplättchen in einer äußeren schützenden Beschichtung eingekapselt sind, und in mikrowellen-aktiven Anwendungen, in denen eine einkapselnde äußere Beschichtung Lichtbogenbildung bei den Metallplättchen verhindert. Die Plättchen können auch verwendet werden in elektrostatische Beschichtungen.

**[0048]** In einer alternativen Ausführungsform können Fälle auftreten, in denen die Trennbeschichtungsschichten bestimmte vernetzte harzartige Materialien aufweisen, wie beispielsweise ein Acrylmonomer, welches vernetzt zu einem Feststoff mittels UV- oder EB-Aushärtung. In diesem Fall wird die mehrlagige Schichtstruktur von der Trommel entfernt, oder während sie auf dem Träger ist, wird sie behandelt mit bestimmten Materialien, die die Trennbeschichtungsschichten entpolymerisieren, wie beispielsweise durch das Brechen chemischer Bindungen, die durch das Vernetzungsmaterial gebildet wurden. Dieses Verfahren erlaubt die Verwendung von herkömmlicher Ausrüstung, die das Aufdampfen und das Aushärten mit EB oder Plasmatechniken verwendet.

**[0049]** Daher erlaubt dieses Verfahren die Produktion von reflektierenden Plättchen bei hohen Produktionsgeschwindigkeiten und niedrigen Kosten. Die unbeschichteten Plättchen, die mittels dieser Erfindung erzeugt wurden, können ein hohes Seitenverhältnis aufweisen. Dabei ist das Seitenverhältnis definiert als das Verhältnis der Breite zur Höhe und die durchschnittliche Plättchengröße ist ungefähr 6 µm auf 200 Å (1 µm = 10.000 Å) ist das Seitenverhältnis 200 : 60.000 oder ungefähr 300 : 1. Diese hohe Seitenverhältnis ist vergleichbar mit den vorstehend beschriebenen Metallure-Plättchen. Bei den Ausführungsformen, in denen die Plättchen auf beiden Seiten mit schützenden Beschichtungen beschichtet sind, beträgt das Seitenverhältnis dieser Plättchen ungefähr 600 60.000, oder ungefähr 100 : 1.

**[0050]** Als ein weiterer Vorteil dieser Erfindung vermeidet das Verfahren, das Kugelmühlverfahren gemäß dem Stand der Technik, bei dem Verfahrenshilfen verwendet werden wie beispielsweise Fettsäuren, was zu Kompatibilitätsproblemen führen kann, wenn die Plättchen in bestimmten fertigen Druckfarben oder Beschichtungen verwendet werden.

**[0051]** Mit dem Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung können auch geprägte Plättchen hergestellt werden. In diesem Fall kann die Träger- oder Ablagerungsüberfläche (Trommel oder Polyesterträger) mit einem holographischen oder einem Diffraktionsgittermuster oder ähnlichem geprägt sein. Die erste Trennschicht wird das Muster replizieren und nachfolgende Metall- oder andere Schichten und dazwischenliegende Trennschichten werden dasselbe Muster replizieren. Der Stapel kann abgezogen und zu geprägten Plättchen zerbrochen werden.

**[0052]** Ein Verfahren zur Beschleunigung der Produktion von Plättchenprodukten gemäß dieser Erfindung verwendet drei nebeneinander liegende Vakuumkammern, die durch Luftschieleusen getrennt sind. Die mittlere Kammer beinhaltet eine Trommel und die notwendige Ablagerungsausrüstung zum Aufbringen der Schichten aus Plättchenmaterial und Trennschichtungen auf die Trommel. Wenn der Ablagerungszyklus fertig ist, werden die Trommel und die Beschichtung zu der Vakuumkammer transferiert, die sich stromabwärts von der Ablagerungskammer befindet, durch die Luftschieleuse, um das Vakuum in beiden Kammern zu erhalten. Die mittlere Kammer wird anschließend abgedichtet. Eine Trommel, die in der stromaufwärts gelegenen Kammer beinhaltet ist, wird anschließend zur mittleren Kammer bewegt zur weiteren Ablagerung. Diese Trommel wird durch eine Luftschieleuse bewegt, um das Vakuum in beiden Kammern aufrechtzuerhalten. Die mittlere Kammer wird anschließend abgedichtet. Die beschichtete Trommel in der stromabwärtigen Kammer wird entfernt. Die auf ihr abgelagerten Schichten werden abgezogen, gereinigt und in der stromaufwärtigen Kammer ersetzt. Dieses Verfahren erlaubt eine kontinuierliche Beschichtung in der mittleren Vakuumkammer, ohne ihr Vakuum zu brechen.

#### Beispiel 1

**[0053]** Die folgende mehrlagige Konstruktion wurde wie folgt hergestellt: Trennschicht/Metall/Trennschicht. Die Trennschicht war Dow 685D Extrusionsgradstyrolharz und die Metallschicht war Aluminium von Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002.

**[0054]** Die Konstruktion wurde 50 Mal wiederholt, d. h. alternierende Schichten aus Aluminium- und Styroltrennschichtungen wurden erzeugt.

**[0055]** Das in der Trennschicht verwendet Styrol wurde folgendermaßen konditioniert: Die Styrolpellets wurden geschmolzen und in einem Vakuumofen bei 210°C für 16 Stunden konditioniert und anschließend in einem Eksikkator entfernt zum Kühlen.

**[0056]** Ein mit Aluminiumfolie ausgekleideter Graffitiegel wurde verwendet, um dieses Material zu halten. Dieser Tiegel wurde platziert in einem mit Kupfer ausgekleidetem Arco Temiscal Eintaschen-Elektronenstrahlkanonenherd.

**[0057]** Die Aluminiumpallets wurden geschmolzen in einem mit Kupfer ausgekleideten Arco Temiscal Viertaschen-Elektronenstrahlkanonenherd.

**[0058]** Die Elektronenstrahlkanonen waren Teil eines 15 KV Arco Temiscal 3200 Ladeverschlussystems. Ein 0,051 mm PET-Film von SKC wurde von drei Kreisel mit 43,18 cm Durchmesser geschnitten und an den Edelstahlplanetensplatten mit 43,1 cm Durchmesser befestigt, die in der Vakuumkammer angeordnet waren. Die Kammer wurde geschlossen und zu 10 µm aufgeraut und anschließend cryogepumpt zu einem Vakuum von  $6,67 \times 10^{-5}$  Pa ( $5 \times 10^{-7}$  Torr).

**[0059]** Das Trennmaterial und das Metallmaterial wurden in alternierenden Schichten aufgedampft. Die Trennschicht wurde zuerst aufgebracht mit 200 Å, gemessen mittels eines Inficon IC/5 Ablagerungscontrollers. Auf die Trennschicht folgte eine Metallschicht, die mit 160 Å aufgedampft wurde, ebenfalls gemessen mit dem IC/5-Controller. Der Controller für die Aluminiumschicht wurde kalibriert durch einen MacBeth TR927 Transmission-Densitometer mit Grünfilter. Wie erwähnt, wurde diese Konstruktion fünfzigmal wiederholt. Die aufgedampfte Aluminiumschicht wies eine gute Dicke von 1,8 bis 2,8 optischer Dichte auf, wie durch einen MacBeth Densitometer gemessen. Dieser Wert misst die Metallfilmopazität, mittels einer Lichttransmissionsmessung.

**[0060]** Als die Ablagerung fertig war, wurde die Kammer mit Stickstoff auf Umgebungsdruck belüftet und die PET-Platten wurden entfernt. Die Platten wurden mit Ethylacetat gewaschen und anschließend homogenisiert unter Verwendung eines IKA Ultra Turrax T45, um eine Partikelgröße von 3 bis 2 µm zu erreichen, gemessen auf einem Image-pro-plus-Image-Analysator unter Verwendung eines 20X-Objektivs und gemittelt von einem Satz von 400 Partikeln.

**[0061]** Die Dispersion wurde anschließend in eine Druckfarbe eingeführt und gezogen auf eine Lenetta-Karte zum ACS-Spektrophotometer-Test. Dieser Test misst den Plättchenglanz. Ein ACS-Wert oberhalb von ungefähr 68 wird als wünschenswert betrachtet für dieses bestimmte Produkt. Die ACS-Messungen betragen 69,98 für die metallurgische Kontrolle und 70,56 für die Charge. Die Druckfarben wurden dann gezogen auf klares Polyester und die Dichtemessungen betragen 0,94 für die Charge und 0,65 für die Metallure-Kontrolle. Die Messungen wurden ausgeführt auf einem MacBeth-Densitometer unter Verwendung eines Grünfilters.

### Beispiel 2

**[0062]** Die folgende mehrlagige Konstruktion wurde wie folgt hergestellt: Trennschicht/schützende Beschichtung/Metall/schützende Beschichtung/Trennschicht.

**[0063]** Drei verschiedene Konstruktionen wurden folgendermaßen hergestellt:

#### Konstruktion 1

Trennschicht	Dow 685D
schützende Schicht	Cerac Silicon Oxid S-1065
Metall	Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002
schützende Schicht	Cerac Silicon Oxid S-1065
Trennschicht	Dow 685D

#### Konstruktion 2

Trennschicht	Dow 685D
schützende Schicht	Cerac Aluminium Oxid A-1230
Metall	Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002
schützende Schicht	Cerac Aluminium Oxid A-1230
Trennschicht	Dow 685D

#### Konstruktion 3

Trennschicht	Dow 685D
schützende Schicht	Cerac Magnesium Fluorid M-2010
Metall	Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002
schützende Schicht	Cerac Magnesium Fluorid M-2010
Trennschicht	Dow 685D

**[0064]** Die Konstruktionen wurden zehnmal durch dasselbe in Beispiel 1 beschriebene Verfahren wiederholt und wurden eingestuft als schützende beschichtete Plättchen, d. h. dieser Test zeigte, dass mehrlagige Plättchen mit optischer Anwendbarkeit hergestellt werden können, in dem die Schichten aus Plättchenmaterial auf einem Träger aufgebaut werden, in einer Vakuumkammer zwischen dazwischenliegenden Schichten aus lösbarem Trennmateriel, indem die Plättchenschichten kontinuierlich (ohne das Vakuum zu brechen) aufgebaut werden, während die Trennschichten und die Plättchenschichten von Ablagerungsquellen abgelagert werden, die innerhalb der Vakuumkammer betrieben werden, gefolgt durch Abziehen und Partikelgrößenkontrolle.

### Beispiel 3

**[0065]** Die folgende mehrlagige Konstruktion wurde wie folgt hergestellt:

## Konstruktion 1

Trennschicht	Dow 685D
Nicht-Metall	Silicon-Oxid S-1065
Trennschicht	Dow 685D

## Konstruktion 2

Trennschicht	Dow 685D
Stapel	Titandioxid Cerac T-2051
Stapel	Siliconoxid Cerac S-1065 + Sauerstoff
Metall	Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002
Stapel	Siliconoxid Cerac S-1065 + Sauerstoff
Stapel	Titandioxid Cerac T-2051
Trennschicht	Dow 685D

**[0066]** Die Konstruktion wurde zehnmal durch das gleiche, in Beispiel 1 beschriebene, Verfahren wiederholt. Dieser Test zeigt an, dass das Verfahren des Aufdampfens zusammengesetzte Schichten von optischen Stälpeln zwischen dazwischenliegenden Trennbeschichtungsschichten in einer Vakuumkammer bilden kann, gefolgt von einem Abziehen und einer Partikelgrößenkontrolle, wobei die erzeugten Plättchen Gebrauch finden für solche Anwendungen wie Druckfarben und Beschichtungen.

## Beispiel 4

**[0067]** Die folgenden Konstruktionen können mögliche Konstruktionen für dekorative Plättchen sein:

## Konstruktion 1

Trennschicht	Dow 685D
Stapel	Eisenoxid Cerac I-1074
Stapel	Siliconoxid Cerac S-1065 + Sauerstoff
Stapel	Eisenoxid Cerac I-1074
Trennschicht	Dow 685D

## Konstruktion 2

Trennschicht	Dow 685D
Stapel	Eisenoxid Cerac I-1074
Stapel	Siliconoxid Cerac S-1065 + Sauerstoff
Metall	Aluminum Materials Research Corp. 90101E-AL000-3002
Stapel	Siliconoxid Cerac S-1065 + Sauerstoff
Stapel	Eisenoxid Cerac I-1074
Trennschicht	Dow 685D

**[0068]** Die Konstruktionen können auch verwendet werden für eine goniochromatische Verschiebung.

## Beispiel 5

**[0069]** Polymere Trennbeschichtungsschichten wurden in einer Vakuumkammer abgelagert, unter Verwendung einer EB-Quelle und mit einer aufdampften Aluminiumschicht beschichtet.

**[0070]** Die folgenden Konstruktionen wurden hergestellt:

## Konstruktion 1

**[0071]** Dow 685D Styrolharz wurde 16 Stunden bei 210°C in einem Ofen konditioniert. Das Material wurde

EB-abgelagert auf Polyester und zwar mit einer Dicke von 200 bis 400 Å und metallisiert mit einer Schicht aus Aluminium bei Dichten von 2,1 bis 2,8.

#### Konstruktion 2

**[0072]** Piolite AC Styrol/Acrylat von Goodyear wurde 16 Stunden lang bei 190°C konditioniert. Das Material wurde EB-abgelagert auf Polyester und zwar mit einem Beschichtungsgewicht von 305 Å und metallisiert mit einer Schicht aus Aluminium mit einer Dichte von 2,6.

#### Konstruktion 3

**[0073]** BR-80-Acryl-Copolymer von Dianol America wurde 16 Stunden lang bei 130°C konditioniert. Das Material wurde EB-abgelagert auf Polyester und zwar mit einer Dicke von 305 Å und metallisiert mit einer Schicht aus Aluminium bei einer Dichte von 2,6.

#### Konstruktion 4

**[0074]** Dow 685D Styrolharz wurde 16 Stunden lang bei 210°C konditioniert. Das Material wurde EB-abgelagert auf Polyester und zwar mit einer Dicke von 200 Å und metallisiert mit einer Schicht aus Aluminium bei einer Dichte von 2,3. Dies wurde wiederholt, um einen Stapel mit 10 Schichten aus Aluminium zu bilden, die durch dazwischenliegende Trennbeschichtungsschichten getrennt waren.

**[0075]** Diese überlagerten Materialien wurden von den PET-Trägern abgezogen unter Verwendung von Ethylacetatlösungsmittel und reduziert zu einer kontrollierten Partikelgröße in einem T8-Laborhomogenisierer. Die resultierenden Plättchen waren hinsichtlich der optischen Eigenschaften ähnlich den Metallure-Plättchen, insofern als sie einen ähnlichen Glanz, Partikelgröße, Opazität und Seitenverhältnis aufwiesen.

**[0076]** In einem weiteren Test mit einer Konstruktion, die der Konstruktion 1 ähnlich ist, wurde Aluminium, das metallisiert war, bis zu einer optischen Dichte von 2,3 in Aceton von einem PET-Träger abgezogen und zu Plättchen zerbrochen. Dieser Test überwacht den Effekt von Veränderungen der Trennbeschichtungsdicke. Die Resultate zeigten beste Trenneigenschaften für eine EB-abgelagerte Trennbeschichtung in einem Bereich von ungefähr 200 bis ungefähr 400 Å.

#### Beispiel 6

**[0077]** Verschiedene Tests wurden durchgeführt, um verschiedene polymere Trennbeschichtungsmaterialien zu bestimmen, die hinsichtlich dieser Erfindung nützlich sein könnten. Es wurden Gasglockentests im Labormaßstab ausgeführt, um Polymere zu bestimmen, die EB-abgelagert werden könnten.

**[0078]** Methylmethacrylat (Elvacite 2010 von ICI) und ein UV-gehärtetes Monomer (39053-23-4 von Allied Signal) brachten gute Resultate. Schlechte Resultate wurden beobachtet bei Butylmethacrylat (Elvacite 2044 (verliert Vakuum in EB), Cellulose (wurde schwarz bei 137,8°C), und Polystyrolgummi (verkohlt).

#### Beispiel 7

**[0079]** Die in Beispiel 1 beschriebenen Tests zeigten, dass eine aus dem Dow 685D Styrolpolymer hergestellte Beschichtung brauchbare Plättchenprodukte erzeugen konnte. Verschiedene andere Tests wurden wie folgt durchgeführt mit Dow 685D Styrolharz-Trennbeschichtungen:

- (1) Konditioniert bei 190°C, beschichtet mit 1000 Å und metallisiert mit Aluminium. Ein zu hoch ausgebildeter Harzfilm erzeugte eine trübe metallisierte Schicht.
- (2) Nicht konditioniert im Ofen; beim Versuch die Styrolkügelchen EB zu schmelzen, bewirkte der Elektronenstrahl, dass sich die Kügelchen in dem Tiegel bewegten.
- (3) Konditioniert bei 210°C, beschichtet von 75 bis 150 Å, dann metallisiert. Das Aluminium löste sich nur schlecht oder gar nicht.
- (4) Konditioniert bei 210°C, beschichtet mit 600 Å und metallisiert mit einer Schicht aus Aluminium mit Dichte 1,9. Das Aluminium löste sich langsam und erzeugte ein welliges Plättchen.

#### Patentansprüche

1. Ein Verfahren zum Herstellen von Plättchen, die folgenden Schritte aufweisend:

- (a) Ablagern von Plättchenmaterial aus einer Vakuumablagerungsquelle innerhalb einer evakuierten Vakuumablagerungskammer und eines Trennschichtmaterials aus einer Trennschichtquelle innerhalb der Vakuumablagerungskammer auf eine Oberfläche einer Transportvorrichtung innerhalb der Vakuumablagerungskammer, um alternierende Schichten des Trennschichtmaterials aus der Trennschichtquelle und des aufgedampften Plättchenmaterials aus der Vakuumablagerungsquelle auf der Transportvorrichtung in einer Abfolge bereitzustellen, so dass eine mehrlagige Schichtstruktur der alternierenden Schichten des Plättchenmaterials und des dazwischen liegenden Trennschichtmaterials erhalten wird, wobei das Trennschichtmaterial ein durch ein Lösungsmittel lösbares und auflösbares Polymermaterial umfasst, dass eine glatte kontinuierliche Sperrsicht und eine Trägeroberfläche bildet, auf der die Plättchenmaterialschichten gebildet werden können;
- (b) Entfernen der mehrlagigen Schichtstruktur aus der Vakuumablagerungskammer;
- (c) Anwenden eines Lösungsmittels auf die mehrlagige Schichtstruktur, um die Trennschicht von der Plättchenmaterialschicht zu separieren; und
- (d) Zerkleinern der Plättchenmaterialschicht zu Plättchen.

2. Ein Verfahren gemäß Anspruch 1, umfassend den Schritt des Entfernens der Schichtstruktur aus der evakuierten Ablagerungskammer, um die mehrlagige Schichtstruktur zu erhalten, so dass sie leicht in Plättchen feiner Teilchengröße durch den Schritt des Anwendens des Lösungsmittels auf die mehrlagige Schichtstruktur separiert werden kann.

3. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Trennschicht ein fließfähiges thermoplastisches Polymermaterial ist, dass in der Kammer durch Aufdampfungstechniken aufgebracht wird.

4. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Trennschicht ein wachsähnliches Material ist, das durch das Aufdampfen aufgebracht wird.

5. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Plättchenmaterial Metall umfasst, um reflektive Plättchen herzustellen.

6. Das Verfahren gemäß Anspruch 5, in welchem die Metallplättchenschichten mit äußeren schützenden Schutzschichten beschichtet sind, die mit beiden Seiten jeder aufgedampften Metallschicht in der mehrlagigen Schichtstruktur verbunden sind, und in welchem die schützenden Schichtmaterialien innerhalb der Vakuumkammer vernetzt oder polymerisiert sind, so dass die schützenden Schichten an die Metallplättchen anschließend an das nachfolgende Zerkleinern der Schichtstrukturlagen zu Plättchen gebunden bleiben.

7. Das Verfahren gemäß Anspruch 6, in welchem die schützenden Schutzschichten Polymerschichten oder inerte anorganische Schichten sind.

8. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Schichtstrukturlagen auf eine gekühlte rotierende Trommel aufgebracht werden.

9. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Schichtstrukturlagenmaterialien auf einen Polymerträgerfilm aufgebracht werden, der um eine in der Vakuumablagerungskammer enthaltene gekühlte rotierende Trommel gewickelt ist.

10. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Trennschichtmaterial ein durch ein organisches Lösungsmittel lösliches Material ist.

11. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Trennschichtmaterial ein vernetztes Material ist mit einer schwachen Bindungsstärke, das aufgelöst werden kann, in dem man es mit einem depolymerisierenden Lösungsmaterial behandelt.

12. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Trennschicht in einem ersten Lösungsmittel, das den Separationsprozess beginnt, auflösbar ist, gefolgt durch das Behandeln mit einer größeren Menge eines zweiten Lösungsmittels, das den Vorgang des Auflösens vervollständigt.

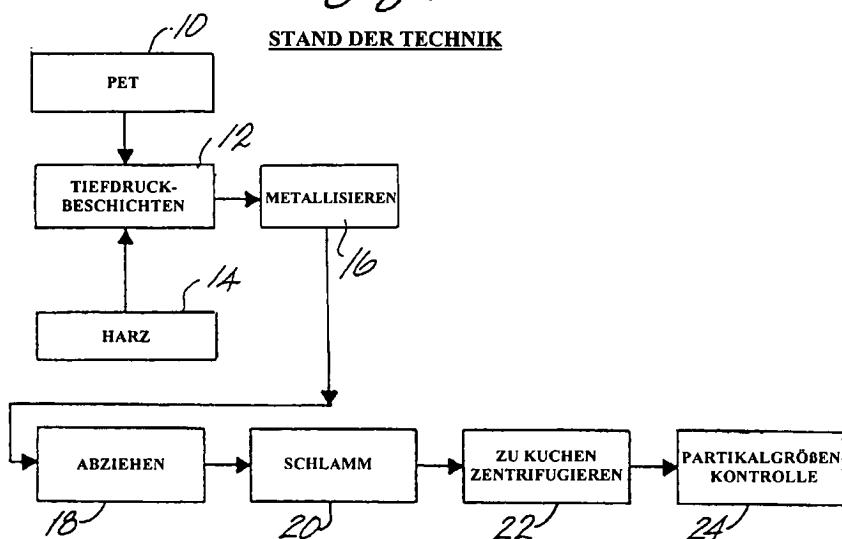
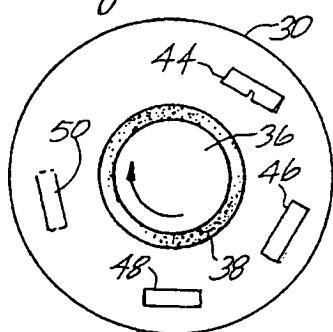
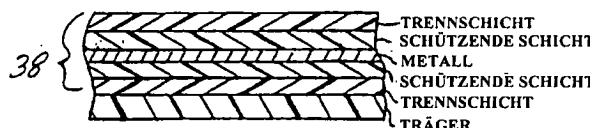
13. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die Vakuumablagerungskammer eine primäre Vakuumpumpe und eine Hilfsturbopumpe aufweist.

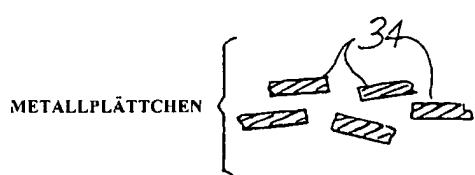
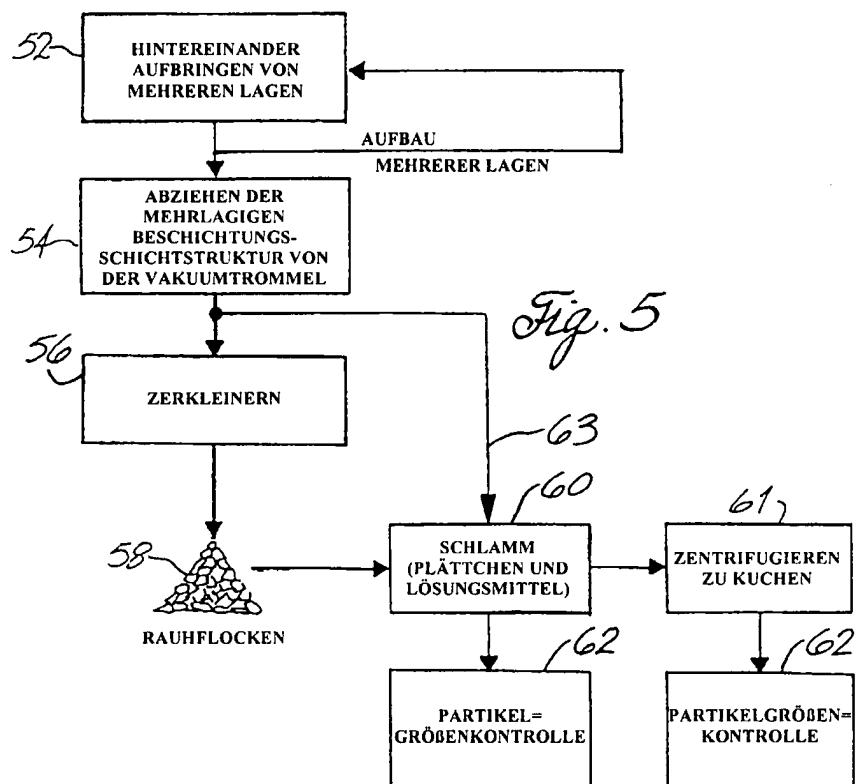
14. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Trennschichtmaterial ausgewählt ist aus Styrol oder Akrylpolymeren oder Mischungen davon.

15. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die mehrlagigen Plättchen Metall aufweisen, das zwischengeschichtet ist zwischen einer harten anorganischen äußeren Beschichtung.
16. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem die mehrlagigen Plättchen einen Stapel mit optischen Eigenschaften aufweisen.
17. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem die Plättchenmaterialschicht eine Schicht aus Metall ist, das aus der Gruppe bestehend aus Aluminium, Kupfer, Silber, Chrom, Zinn, Zink, Indium und Nichrom ausgewählt ist.
18. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem die Trennschichtlage eine Dicke in dem Bereich von ungefähr 200 bis ungefähr 400 Ångström aufweist.
19. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem das Plättchenmaterial eine Metallplättchenschicht aufweist und in welchem die Metallplättchen ein Seitenverhältnis von 300 oder mehr aufweisen.
20. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem die Trennschicht/Metallschicht-Kombination zumindest zehnmal wiederholt abgelagert wird, um die Aufdampfungsablagerung aufzubauen.
21. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem das Plättchenmaterial eine Schicht aus Metall mit äußeren Schichten einer schützenden Beschichtung aufweist und in welchem die schützende äußere Beschichtung ein Polymermaterial aufweist, das aus seiner entsprechenden Ablagerungsquelle aufgebracht und in der Vakuumkammer bis zu einem thermofixierenden Zustand ausgehärtet wird.
22. Das Verfahren gemäß Anspruch 21, in welchem die schützende äußere Beschichtung ein aufgedampftes anorganisches Material aufweist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Magnesiumfluorid, Siliziummonoxid, Siliziumdioxid, Aluminiumoxid, Aluminiumfluorid, Indiumzinnoxid und Titandioxid.
23. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem die Plättchenschicht ein aufgedampftes Material ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus anorganischem Material aufweist.
24. Das Verfahren gemäß Anspruch 23, in welchem das aufgedampfte Material Siliziummonoxid, Siliziumdioxid oder ein Polymermaterial aufweist und in welchem das anorganische Material ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Magnesiumfluorid, Siliziummonoxid, Siliziumdioxid, Aluminiumoxid, Aluminiumfluorid, Indiumzinnoxid, Titandioxid und Zinksulfid besteht.
25. Das Verfahren gemäß Anspruch 1, in welchem die Plättchenschichten bis zu einer Filmdicke von ungefähr 200 bis 400 Ångström abgelagert werden.
26. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder Anspruch 25, in welchem die mehrlagige Aufdampfungsablagerung in Plättchen getrennt wird durch die Behandlung mit einem organischen Lösungsmittel.
27. Das Verfahren gemäß Anspruch 26, in welchem das Trennschichtmaterial ausgewählt ist aus Styrol oder Akrylpolymeren oder Mischungen davon.
28. Das Verfahren gemäß den Ansprüchen 25, 26 oder 27, in welchem die Schicht des Plättchenmaterials Aluminium umfasst.
29. Das Verfahren gemäß Anspruch 28, in welchem die Trennschicht/Metallschicht-Kombination zumindest zehnmal wiederholt abgelagert wird, um die Aufdampfungsablagerung aufzubauen.
30. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Trennschichtmaterial eine schwach vernetzte Polymerbeschichtung sein kann.
31. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, in welchem das Trennschichtmaterial ein auflösbares Trennmaterial sein kann, dass ein Polymermaterial umfassen kann, dass eher durch Kettenverlängerung als durch Vernetzung polymerisiert worden ist.

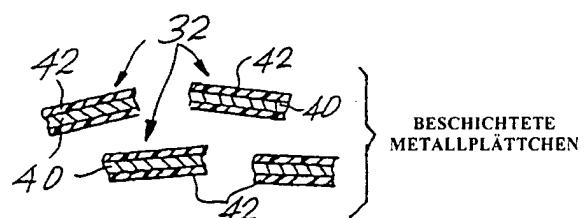
Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

## Anhängende Zeichnungen

*Fig. 1**Fig. 2**Fig. 3**Fig. 4*



*Fig. 6*



*Fig. 7*

Fig. 8

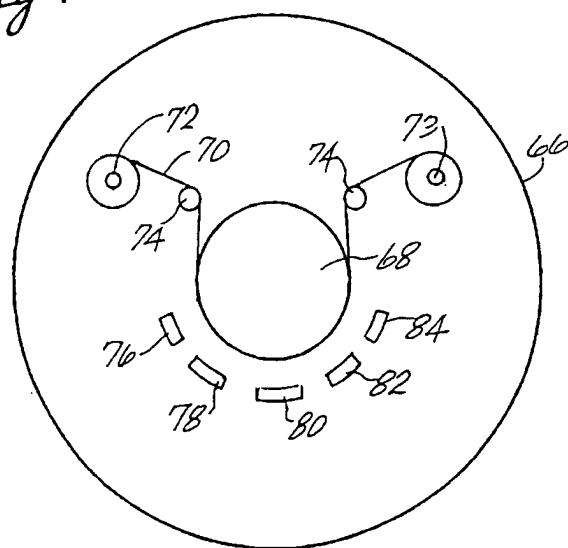


Fig. 9

