



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 699 32 361 T2 2007.07.05

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 192 232 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 699 32 361.4

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/US99/28519

(96) Europäisches Aktenzeichen: 99 965 965.9

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 2000/044844

(86) PCT-Anmeldetag: 02.12.1999

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: 03.08.2000

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 03.04.2002

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 12.07.2006

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 05.07.2007

(51) Int Cl.⁸: C09J 7/02 (2006.01)

C09D 183/06 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

239208 28.01.1999 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:

Loparex Inc., Willowbrook, Ill., US

(72) Erfinder:

MERTZ, J., William, Carol Stream, IL 60188, US;
THOMPSON, Charles, Danny, Streamwood, IL
60107, US; LEUNG, Yiu-Kit, Katherine, Rolling
Meadows, IL 60008, US

(74) Vertreter:

PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 10719 Berlin

(54) Bezeichnung: TRENNSCHICHT UND VERFAHREN ZU DEREN 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 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 Blattmaterialien und insbesondere auf Trennschicht-Blattmaterialien, sowie auf Verfahren zur Herstellung derselben.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Silikonenthaltende Materialien werden in weitem Umfang auf Filme, Papiere und andere Substrate aufgebracht, um diesen Trenneigenschaften zu verleihen. Historisch waren viele dieser Silikonmaterialien auf der Basis von Lösungen und wurden durch metallische Katalysatoren wie Zinn, Rhodium oder Platin katalysiert. Diese Trennbeschichtungen ergaben erwünschte Trennpegel für viele Anwendungen. Jedoch hat aufgrund der gestiegenen Umweltbedenken betreffend die Freigabe von flüchtigen organischen Verbindungen (VOCs), die sich aus der Verwendung derartiger auf Lösungen basierender Systeme ergeben kann, die Industrie ihr Augenmerk auf lösungsmittelfreie (100% Feststoffe) Trennsysteme verschoben.

[0003] Lösungsmittelfreie Systeme enthalten thermisch gehärtete Silikontrennsysteme (zum Beispiel platinkatalysierte Systeme) und strahlungsgehärtete Systeme (gehärtet durch UV- oder EB-Strahlung). Thermisch gehärtete Silikontrennsysteme können große Mengen von Energie und übermäßigen Herstellungsraum für die thermische Härtevorrichtung erfordern. Strahlungsgehärtete Systeme erfordern weniger Herstellungsraum und sind energieeffizienter. Jedoch haben viele Hersteller von Trennmitteln stark in thermische Härtevorrichtungen investiert, die nicht leicht versetzt und/oder in Strahlungshärtelinien umgewandelt werden können.

[0004] Sowohl auf Lösungsmittel basierende als auch lösungsmittelfreie Silikontrennsysteme können dem Substrat, auf das sie aufgebracht sind, erwünschte Trenneigenschaften vermitteln. Jedoch erfordern eine zunehmende Anzahl von Anwendungen eine Silikontrennbeschichtung, die die Migration oder Übertragung von nicht reagiert habenden Silikonverbindungen in der Trennbeschichtung zu einer angrenzenden Oberfläche wie einem Klebstoff oder der Rückseite des Stützsubstrats zusätzlich zum Vorsehen des gewünschten Trennpegels minimiert.

[0005] Beispielsweise können nicht reagierte oder nicht vernetzte Silikonverbindungen, die in der gehärteten Silikontrennschicht vorhanden sind, zu einer angrenzenden Klebstoffsicht wandern und ihre Klebeigenschaften herabsetzen. Silikomigration oder -verflüchtigung ist auch problematisch für silikonempfindliche Endverwendungen wie in der Mikroelektronik und der Autoindustrie. Silikone können auch zu der Rückseite des Stützsubstrats einer Trennschicht, die in einer Rollenform aufbewahrt ist, übertragen werden, was zu einer Oberfläche führt, die schwierig oder unmöglich zu bedrucken ist. Weiterhin kann das Silikon, das zu der Rückseite des Stützsubstrats übertragen wird, wieder zu einem anderen Substrat übertragen werden, das mittels Klebstoff oder in anderer Weise auf die Trennschicht laminiert wurde. Diese Wiederübertragung von Silikon kann auch Druckprobleme wie schlechte Adhäsion oder Nichtbenetzung der Farbe bewirken.

[0006] Die internationale Veröffentlichung WO 98/28376 offenbart lösungsmittelfreie Trennzusammensetzungen mit einem härtbaren Epoxydorganosiloxan, einem vernetzbaren Silikonhydridharz ohne Epoxydfunktionalität und einem Härtemittel. Die Zusammensetzung kann auf ein Substrat aufgebracht und unter Verwendung aktinischer Strahlung gehärtet werden, um Oberflächentrenneigenschaften zu erhalten. Die US 5843549, die US 4908274 und die EP 542484 A offenbaren auch lösungsmittelfreie, strahlungsgehärtete Silikontrennbeschichtungen.

Zusammenfassung der Erfindung

[0007] Die vorliegende Erfindung sieht eine Trennschicht vor, welche aufweist: Ein Substrat mit einander abgewandten Oberflächen; und eine strahlungsgehärtete Silikontrennbeschichtung in einem organischen Lösungsmittel, das auf eine Oberfläche hiervon aufgebracht ist, welche Beschichtung nicht mehr als etwa 1,5 Mikrogramm insgesamt extrahierbare Stoffe pro Quadratzentimeter und nicht mehr als etwa 10 ppm flüchtige Silikonverbindungen aufweist; wobei die Trennschicht durch den Prozess hergestellt wird, in welchem: eine Zusammensetzung, die ein strahlungshärtbares Silikontrennmittel in einem organischen Lösungsmittel aufweist, wird auf eine Oberfläche eines Substrats aufgebracht; das beschichtete Substrat wird erwärmt, wahlweise in der Anwesenheit von Luft hoher Geschwindigkeit, die ausreichend ist, um im Wesentlichen das gesamte Lösungsmittel zu entfernen; und das beschichtete Substrat wird einer Strahlung unter Bedingungen ausgesetzt,

die ausreichend sind, um das strahlungshärtbare Silikontrennmittel im Wesentlichen auszuhärten, um eine strahlungsgehärtete Silikontrennbeschichtung zu bilden.

[0008] Die Trennbeschichtung zeigt erwünschte Trenneigenschaften sowie verringerte Mengen von unerwünschten Komponenten. Beispielsweise zeigen die Trennschichten nach der Erfindung verringertes herausziehbares Gesamtsilikon (nicht reagierte Silikonmaterialien). Vorzugsweise enthalten die Trennbeschichtungen nicht mehr als etwa 0,9 und am bevorzugten nicht mehr als etwa 0,2 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Silikone.

[0009] Weiterhin können die Trennschichten verringerte Mengen von flüchtigen Silikonverbindungen haben, wie Siloxane mit niedrigem Molekulargewicht, die typischerweise in strahlungshärtbaren Silikonverbindungen gefunden werden. Vorzugsweise hat die Trennschicht nach der Erfindung nicht mehr als etwa 2,0 ppm derartiger Komponenten in der gehärteten Trennschicht.

[0010] Als ein Ergebnis von beträchtlich verringerten Mengen insgesamt extrahierbarer und/oder flüchtiger Silikonverbindungen in der gehärteten Trennschicht können die Trennschichten nach der Erfindung eine minimale oder im Wesentlichen keine Silikonübertragung zu benachbarten Oberflächen wie der Rückseite des Stützsubstrats, angrenzenden Klebstoffschichten und dergleichen zeigen. Dies wiederum ergibt mehrere Vorteile wie Minimieren der Herabsetzung von Klebeigenschaften von angrenzenden Klebstoffschichten aufgrund der Silikonübertragung; Minimieren der Entwicklung von Druckproblemen auf Flächenmaterial aufgrund von Silikonverunreinigung; Minimieren oder Eliminieren von Silikonmigration bei mikroelektronischen Anwendungen; und dergleichen.

[0011] Die vorliegende Erfindung sieht auch ein Verfahren zum Herstellen einer Trennschicht vor, das die Schritte aufweist: Aufbringen einer Zusammensetzung aufweisend ein strahlungshärtbares Silikontrennmittel in einem organischen Lösungsmittel auf eine Oberfläche eines Substrats, welche Zusammensetzung auch flüchtige Siloxanverbindungen aufweist; Erwärmen des beschichteten Substrats, wahlweise in der Anwesenheit von Luft hoher Geschwindigkeit, unter Bedingungen, die ausreichend sind, um im Wesentlichen das gesamte Lösungsmittel und im Wesentlichen die gesamten flüchtigen Siloxanverbindungen zu entfernen; und Aussetzen des beschichteten Substrats einer Bestrahlung unter Bedingungen, die ausreichend sind, um das strahlungshärtbare Silikontrennmittel im Wesentlichen auszuhärten, zur Bildung einer strahlungsgehärteten Silikontrennbeschichtung, die nicht mehr als etwa 10 ppm flüchtige Siloxanverbindungen aufweist. Jeder der Typen von strahlungshärtbaren Silikontrennmaterialien kann gemäß der Erfindung verwendet werden. Eine Verschiedenheit von organischen Lösungsmitteln kann ebenfalls verwendet werden, beispielsweise aliphatische, aromatische, Ketone und andere Lösungsmittel sowie Mischungen derartiger Lösungsmittel. Typischerweise enthält die Zusammensetzung etwa 1 bis etwa 90 Gewichtsprozent, vorzugsweise etwa 4 bis etwa 20 und bevorzugter etwa 6 bis etwa 15 Gewichtsprozent strahlungshärtbaren Silikontrennmittels, und etwa 99 bis etwa 10, vorzugsweise etwa 96 bis etwa 80, und bevorzugter etwa 94 bis etwa 85 Gewichtsprozent Lösungsmittel auf der Grundlage des Gesamtgewichts der Zusammensetzung.

[0012] Die zum Härteln verwendete Strahlung kann Ultravioletstrahlung oder Elektronenstrahlen sein.

[0013] Unerwarteter Weise haben die Erfinder gefunden, dass die Anwendung von strahlungshärtbaren Silikontrennmaterialien in einem Lösungsmittel eine Trennschicht mit beträchtlich verringerten Mengen von insgesamt extrahierbaren und/oder flüchtigen organischen Verbindungen bildet, wie vorstehend diskutiert ist. Zusätzlich kann das Verfahren nach der Erfindung viele Herstellungsvorteile ergeben. Beispielsweise liefert das Verfahren Trennschichten mit gewünschten Trenn- und anderen Eigenschaften unter Verwendung niedrigerer Schichtgewichte im Vergleich zu herkömmlichen lösungsmittelfreien strahlungsgehärteten Systemen. Typischerweise werden strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzungen bei relativ hohen Schichtgewichten aufgebracht, im Vergleich zu auf Lösungsmitteln oder Wasser basierenden Systemen. Da strahlungshärtbare Silikonverbindungen teuer sein können, kann die Fähigkeit zum Verringern von Schichtgewichten ohne nachteilige Einwirkung auf die Trenneigenschaften die Rohmaterialkosten herabsetzen.

[0014] Zusätzlich kann die gegenwärtig verwendete Ausrüstung mit thermischen Härtsystemen einfach an die Verwendung für das Verfahren nach der Erfindung angepasst werden. Noch weiterhin kann die Produktivität von thermischer Härtausrüstung erhöht werden. Beispielsweise können die Linien mit erhöhten Geschwindigkeiten gefahren werden, da die zum Entfernen des Lösungsmittels benötigte Verweilzeit im Vergleich zu der zum thermischen Härteln traditioneller metallkatalysierter Silikonsysteme benötigten Verweilzeit beträchtlich kürzer ist.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0015] Einige der Merkmale und Vorteile der Erfindung wurden beschrieben, andere werden augenscheinlich anhand der folgenden detaillierten Beschreibung und der begleitenden Zeichnungen, in denen:

[0016] [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung eines beispielhaften Verfahrens zum Herstellen der Trennschichten nach der Erfindung;

[0017] [Fig. 2](#) ist eine schematische perspektivische Ansicht, die eine Trennbeschichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt, wobei die jeweiligen Schichten der Trennbeschichtung zur Klarheit der Illustration freigelegt sind; und

[0018] [Fig. 3](#) ist eine schematische perspektivische Ansicht eines zusammengesetzten Laminatprodukts, das die Trennbeschichtung nach der Erfindung als eine Komponente enthält.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

[0019] Die vorliegende Erfindung wird nun nachfolgend vollständiger beschrieben mit Bezug auf die begleitenden Zeichnungen, in denen bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung gezeigt sind. Diese Erfindung kann jedoch in vielen unterschiedlichen Formen verkörpert werden und sollte nicht als durch die hier beschriebenen Ausführungsbeispiele beschränkt angesehen werden; vielmehr sind diese Ausführungsbeispiele so vorgesehen, dass diese Offenbarung gründlich und vollständig ist und den Bereich der Erfindung dem Fachmann vollständig übermittelt. Gleiche Zahlen beziehen sich durchgehend auf gleiche Elemente.

[0020] Es wird auf [Fig. 1](#) Bezug genommen, in der ein beispielhaftes Verfahren zum Herstellen der Trennschichten nach der Erfindung illustriert ist. Ein allgemein als 10 bezeichnetes Substrat wird von einer Zuführungsrolle zu einer Beschichtungsvorrichtung **12** befördert. Das Substrat **10** kann von jedem der bekannten Typen von Substraten sein, auf die eine Trennbeschichtung aufgebracht werden kann, einschließlich, ohne Beschränkung, polymerischen Substraten wie Polymerfilmen, Polymerschäumen, aus synthetischen Stapelfasern und/oder Fäden gebildeten Blättern und dergleichen; Zellulosesubstraten wie Papiersubstraten, gewebten, gestrickten, vernetzten oder nicht gewebten Textilsubstraten, die aus natürlichen Fasern und/oder Fäden gebildet sind, und dergleichen; Substraten enthaltend sowohl polymerische als auch Zellulosekomponenten, beispielsweise ein Zelluloseblatt wie ein Papierblatt, beschichtet auf einer oder beiden Oberflächen mit einer Polymerbeschichtung zur Bildung eines polymerbeschichteten Papiersubstrats; Metallfolien; tonbeschichtetes Papier; und dergleichen. Beispielhafte Polymere enthalten Polyolefine wie Polyethylen und Polypropylen; Polyester wie Polyethylenterephthalat; Polyvinylchlorid; Polyamid; Polystyrol, Copolyester; Polycarbonat; Polyketon, und dergleichen.

[0021] Wie in [Fig. 1](#) illustriert ist, bringt die Beschichtungsvorrichtung **12** eine strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzung auf das Substrat **10** auf. Die Trennzusammensetzung kann auf das Substrat **10** unter Verwendung von einer der bekannten Techniken aufgebracht werden, wie, jedoch nicht beschränkt hierauf, Rollbeschichtung, Gravurbeschichtung, Mehrrollenbeschichtung, umgekehrter Rolle, Luftmesser, drahtgewickelter Stab und dergleichen, sowie andere Beschichtungsverfahren.

[0022] Wie der Fachmann erkennt, bezieht sich der Ausdruck strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzung auf Zusammensetzungen, die, wenn sie einer Strahlung ausgesetzt werden, fotopolymerisieren oder härten. Im Allgemeinen enthält die Zusammensetzung fotopolymerisierbare Silikonverbindungen, typischerweise ein oder mehr reaktive Polysiloxane, die, wenn sie einer Strahlung ausgesetzt werden, zum Härten oder Vernetzen fähig sind. Die fotopolymerisierbaren Silikonverbindungen können Monomere, Oligomere, Polymere, Vorpolymeren, Harzmaterialien und Mischungen hiervon aufweisen. Strahlungshärtbare Silikonverbindungen enthalten Epoxyd, Acrylat, Vinylether und andere funktionalisierte Silikonverbindungen, die im Stand der Technik bekannt sind.

[0023] Typische strahlungshärtbare Silikonverbindungen enthalten auch einen oder mehr Fotoinitiatoren, die, wenn sie einer Strahlungsquelle ausgesetzt werden, eine Reaktion der fotopolymerisierbaren Silikonmaterialien initiieren. Sie fallen im Allgemeinen in eine von zwei Kategorien auf der Grundlage ihres Mechanismus zum Härten: Mechanismus der freien Radikale oder kationischer Mechanismus. Beispielhafte Fotoinitiatoren für den Mechanismus mit freien Radikalen enthalten Benzildimethylketal, Benzoin, Benzoinalkylether, Acyloinide, Benzophenon, Acetophenon, Michlers Keton, Acylphosphinoxidderivate und dergleichen sowie Derivate dieser Verbindungen. Für kationische strahlungshärtbare Systeme enthalten die Fotoinitiatoren Jodonium-

oder Sulfoniumsalze, wobei die Anionen fluorierte Antimonsalze oder in jüngerer Zeit Pentafluorphenylborate sind. Diese Systeme können durch Strahlung wie Gamma-, Röntgen-, Elektronenstrahlen oder ultraviolettes Licht gehärtet werden. Für ionisierende Strahlung wie Elektronenstrahlen oder Gammastrahlen sind Fotoinitiatoren für die Systeme mit freien Radikalen nicht erforderlich. Für die kationischen Systeme ist allgemein anerkannt, dass die Fotoinitiatoren selbst bei einer Härtung mit Elektronenstrahlen hoher Energie erforderlich sind.

[0024] Strahlungshärtbare Silikonverbindungen sind bekannt und kommerziell erhältlich. Beispielhafte Zusammensetzungen, die für die vorliegende Erfindung verwendbar sind, enthalten, ohne Beschränkung, UV9400 und UV 9380C (Handelsname), kommerziell erhältlich von General Electric Silicones, PC-600 und PC-702 (Handelsname), kommerziell erhältlich von Rhodia Silicones, und dergleichen, sowie Mischungen hiervon.

[0025] Im Gegensatz zu herkömmlichen Verfahren zum Herstellen von strahlungsgehärteten Silikontrennschichten wird bei der vorliegenden Erfindung die Trennzusammensetzung als ein auf einem Lösungsmittel basierendes, nicht lösungsmittelfreies System aufgebracht. Dies ist gegenintuitiv, da strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzungen als lösungsmittelfreie Systeme entwickelt wurden, um die Verwendung von Lösungsmitteln bei der Herstellung von Trennbeschichtungen zu eliminieren. Somit werden, im Gegensatz zu ihrer vorgesehenen Verwendung, bei der vorliegenden Erfindung die strahlungshärtbaren Silikontrennzusammensetzungen zuerst in einem geeigneten Lösungsmittel dispergiert oder aufgelöst und dann auf das Substrat aufgebracht.

[0026] Jedes geeignete Lösungsmittel kann verwendet werden, einschließlich, ohne Beschränkung, aliphatischer Lösungsmittel wie Hexan, Heptan, Naphtha und dergleichen; cycloaliphatischer Lösungsmittel wie Cyclohexan und dergleichen; aromatischer Lösungsmittel wie Xylol, Toluol und dergleichen; Ketonlösungsmittel wie Methylethykketon, Cyclohexanon, Methylisobutylketon und dergleichen, sowie Mischungen hiervon. Im Allgemeinen enthält die auf Lösungsmittel basierende strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzung strahlungshärtbare Silikonverbindungen in einer Menge im Bereich von etwa 1 bis 90 Gewichtsprozent, vorzugsweise von etwa 4 bis etwa 20, und am bevorzugtesten von etwa 6 bis etwa 15 Gewichtsprozent der Lösungsmittelzusammensetzung, basierend auf dem Gesamtgewicht der Lösungsmittelzusammensetzung. Das Lösungsmittel weist etwa 99 bis etwa 10, bevorzugt etwa 96 bis etwa 80, und am bevorzugtesten etwa 94 bis etwa 85 Gewichtsprozent der auf das Substrat aufgebrachten Zusammensetzung auf.

[0027] Das Beschichtungsgewicht kann abhängig von den verschiedenen Faktoren variieren, wobei die bedeutsamsten Variablen der Prozentgehalt an Feststoffen, die Viskosität der Formel und Verfahrensbedingungen sind. Verfahrensbedingungen bei diesem Beschichtungsverfahren können eine oder mehr von mehreren Variablen in Abhängigkeit von dem verwendeten Beschichtungsverfahren (Rollengeschwindigkeiten für die Mehrrollenverfahren, Stabgröße für Meyer-Stab, Gravurzellengröße und Rollengeschwindigkeiten für direkte oder Offset-Gravurverfahren) enthalten.

[0028] Typischerweise wird die auf Lösungsmittel basierende strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzung in einer ausreichenden Menge auf das Substrat aufgebracht, um eine gehärtete Trennschicht zu erhalten, die eine ausreichende Dicke aufweist, um dem Trennschichtblatt nach der Erfindung die gewünschten Trenneigenschaften zu verleihen. Vorzugsweise wird die Zusammensetzung in einer Menge aufgebracht, die ausreichend ist, um ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 1,0 Gramm pro Quadratmeter (trocken), bevorzugt ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 0,6 Gramm pro Quadratmeter (trocken), und am bevorzugtesten ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 0,3 Gramm pro Quadratmeter (trocken) zu erhalten. Ein Vorteil der vorliegenden Erfindung ist die Fähigkeit, Beschichtungsgewichte zu verringern, indem die strahlungshärtbaren Silikonmaterialien vor der Aufbringung auf die Substratoberfläche in Lösungsmittel dispergiert werden.

[0029] Nachdem die ungehärtete Zusammensetzung auf eine Oberfläche des Substrats **10** aufgebracht ist, wird dann das beschichtete Substrat zu einer Lösungsmittelentfernungszone geleitet, die in [Fig. 1](#) als **14** angezeigt ist. Das Lösungsmittel kann durch Verwendung herkömmlicher Techniken entfernt werden. Beispielsweise ist bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung die Lösungsmittelentfernungszone ein herkömmlicher Ofen nach dem Stand der Technik zum Entfernen von Lösungsmittel durch die Verwendung von Wärme und/oder Luft hoher Geschwindigkeit. Die Bedingungen zum Entfernen des Lösungsmittels wie Temperatur und dergleichen sind bekannt und können in Abhängigkeit von dem verwendeten Lösungsmittel, dem Verfahren zum Entfernen, der Liniengeschwindigkeit und dergleichen variieren. Nützliche Temperaturen liegen im Bereich von etwa 100°F bis etwa 325°F, obgleich Temperaturen außerhalb dieser Bereiche ebenfalls verwendet

werden können. Im Allgemeinen wird das Substrat Bedingungen unterworfen, die ausreichend sind, um im Wesentlichen das gesamte in der Trennzusammensetzung vorhandene Lösungsmittel zu entfernen.

[0030] Wie in [Fig. 1](#) illustriert ist, verlässt, nachdem das Lösungsmittel entfernt wurde, das Substrat die Lösungsmittelentfernungszone **14** und wird zu einer Strahlungshärtungsvorrichtung geleitet, die allgemein als **16** bezeichnet ist. Hier kann die Zusammensetzung gehärtet werden, indem sie einer Strahlung unter Bedingungen ausgesetzt wird, die geeignet sind zum Umwandeln der Zusammensetzung in einen vernetzten Polymerfilm, der an der Oberfläche des Substrats haftet. Die gemäß der vorliegenden Erfindung verwendeten aktiven Energiestrahlen können Ultraviolettlicht sein oder können in ihren Spektren sowohl sichtbares als auch ultraviolettes Licht enthalten. Die Polymerisation kann aktiviert werden durch Bestrahlen der Zusammensetzung mit Ultraviolettlicht unter Anwendung jeder der im Stand der Technik bekannten Techniken zum Liefern von ultravioletter Strahlung, das heißt im Bereich von 240 nm und 420 nm Ultraviolettstrahlung, oder durch Bestrahlen der Zusammensetzung mit Strahlung außerhalb des ultravioletten Spektrums. Die Strahlung kann natürlich oder künstlich, monochromatisch oder polychromatisch, inkoherent oder koherent sein und sollte ausreichend intensiv sein, um die Polymerisation zu aktivieren. Herkömmliche Strahlungsquellen enthalten Quecksilber-, Metallzusatz- und Bogenlampen. Koherente Lichtquellen sind die gepulsten Stickstoff-, Xenon-, Argonionen- und ionisierten Neonlaser, deren Emissionen in die ultravioletten oder sichtbaren Absorptionsbänder der Verbindungen nach der Erfindung fallen oder diese überlappen.

[0031] Die Bestrahlungszeit kann von der Intensität der Strahlungsquelle, dem Typ und der Menge des Foto-initiators und der Permeabilität der Zusammensetzung und des Substrats für die Strahlung abhängen. Das Substrat kann der Strahlung während einer Periode ausgesetzt werden, die im Bereich von etwa 0,02 Sekunden bis etwa 5 Sekunden liegt. Die Bestrahlung kann erforderlichen Falls in einer inerten Gasatmosphäre durchgeführt werden.

[0032] Alternativ kann, wie vorstehend festgestellt wurde, das Substrat anderen Typen von Strahlung ausgesetzt werden, beispielsweise Elektronenstrahlen. Die Bedingungen zum Härteln von strahlungshärtbaren Silikontrennzusammensetzungen unter Verwendung von Elektronenstrahlen sind ebenfalls im Stand der Technik bekannt.

[0033] Das Substrat **10** verlässt dann die Härtekammer und wird in Rollenform aufgenommen. Alternativ kann das Substrat zu einer zusätzlichen stromabwärtsseitigen Verarbeitung geleitet werden. Beispielsweise kann das Substrat so geführt werden, dass eine zweite Trennbeschichtung auf eine gegenüberliegende Oberfläche des Substrats aufgebracht wird. Vorzugsweise wird eine zweite Beschichtung der auf Lösungsmittel basierenden, strahlungshärtbaren Silikontrennzusammensetzung auf die zweite Oberfläche des Substrats wie vorstehend beschrieben aufgebracht, aber es kann jeder der im Stand der Technik bekannten Typen von Trennbeschichtungszusammensetzungen verwendet werden. Die zweite Trennbeschichtung kann so ausgewählt werden, dass sie gleiche oder unterschiedliche Trenneigenschaften in Bezug auf diejenigen der ersten Trennbeschichtung aufweist.

[0034] Es wird nun auf [Fig. 2](#) Bezug genommen, in der eine schematische perspektivische Ansicht eines Trennbeschichtungsmaterials, das allgemein als **20** bezeichnet ist, illustriert ist. In [Fig. 2](#) sind die jeweiligen Schichten der Trennbeschichtung **20** aus Gründen der Klarheit der Illustration freigelegt. Im Allgemeinen enthält die Trennbeschichtung **20** das Substrat **10** und eine Trennschicht **22** auf zumindest einer Oberfläche hier von. Die Trennbeschichtung **20** kann auch Trennschichten auf entgegengesetzten Oberflächen des Substrats **10** enthalten (nicht illustriert).

[0035] Die sich ergebende Trennbeschichtung nach der Erfindung unterscheidet sich strukturell von herkömmlichen Trennbeschichtungen. Beispielsweise sind die Trennbeschichtungen nach der Erfindung gekennzeichnet durch beträchtlich verringerte Mengen von insgesamt extrahierbaren Stoffen (das heißt, Siloxanen, die nicht reagiert haben) im Vergleich zu Trennbeschichtungen, die unter Verwendung von lösungsmittelfreien strahlungsgehärteten Silikontrennzusammensetzungen hergestellt wurden. Im Allgemeinen enthält die Trennbeschichtung nicht mehr als etwa 1,5 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbarer Substanzen, vorzugsweise nicht mehr als etwa 0,9 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbarer Substanzen, und am bevorzugtesten nicht mehr als etwa 0,2 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbarer Substanzen.

[0036] Die insgesamt extrahierbaren Silikone werden durch Nehmen einer bekannten Fläche von Trennbeschichtung gemessen, üblicher Weise einer 10 Zoll-Quadrat-Probe und Schneiden der Probe in 0,5 Zoll-Quadrat. Die Proben wurden in ein Gefäß eingebracht, und 30 mL Methylisobutylketon wurde in dieses gegossen.

Das Gefäß wurde versiegelt und während 30 Minuten auf einen Umlaufschüttler gesetzt, wobei der Schüttler auf 200 Umdrehungen pro Minute eingestellt wurde. Der Extrakt aus den silikonbeschichteten Proben wurde in kleine Flaschen umgefüllt. Dann wurde der Extrakt in eine Flammenatomabsorptionseinheit eingeführt (zum Beispiel eine Perkin-Elmer Atomabsorptionspektrometer 3300-Einheit). Elementares Silizium wurde erfasst und quantifiziert, wobei diese Menge in Prozent extrahierbare Substanzen oder in die Einheiten von Mikrogramm Silikon pro Quadratzentimeter umgewandelt wurde. Die Bezugnahme auf diese Prüfung ist Rexam Release RTM Nummer 83.

[0037] Zusätzlich können die Trennbeschichtungen nach der Erfindung so charakterisiert werden, dass sie beträchtlich verringerte Mengen von flüchtigen Silikonverbindungen haben. Typische strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzungen enthalten zahlreiche Siloxanverbindungen mit niedrigem Molekulargewicht und niedrigem Siedepunkt. Die ausgasenden Siloxanverbindungen werden in drei Siedepunktbereiche klassifiziert: niedrigsiedend (> C6-C10), mittelsiedend (> C10-C20) und hochsiedend (> C20-C28). Diese Bereiche basieren auf den Vergleichen der Siloxane mit den Rückhaltezeiten eines C6-C28 n-Kohlenwasserstoffs externen Standards.

[0038] Typischerweise weist die Trennbeschichtung der Trennbeschichtungen nach der Erfindung nicht mehr als etwa 10 ppm, vorzugsweise nicht mehr als etwa 2,0 ppm flüchtige Verbindungen auf. Flüchtige organische Verbindungen, die aus Trennbeschichtungsproben ausgasten, wurden wie folgt geprüft. Zuerst wurden Bereiche der Trennbeschichtungsprobe, angenähert 4 Quadratzentimeter, während 30 Minuten bei 100°C in dem dynamischen Kopfraum-Ausgasinstrument erwärmt. Die flüchtigen Bestandteile wurden eingefangen und durch thermische Desorptionsgaschromatographie und Massenspektroskopie analysiert. Die Messungen werden üblicherweise als Gesamtsiloxane in Einheiten von Nanogramm pro Quadratzentimeter oder als organische Gesamtausgasung ebenfalls in Nanogramm pro Quadratzentimeter mitgeteilt.

[0039] Obgleich nicht gewünscht wird, durch irgendeine Erläuterung der Erfindung gebunden zu sein, wird gegenwärtig angenommen, dass die Behandlung des beschichteten Substrats mit Wärme und/oder Luft hoher Geschwindigkeit nicht nur das Lösungsmittel austreibt, sondern auch eine molekulare Agitation der Zusammensetzungen bewirken kann. Als ein Ergebnis können flüchtige Silikonverbindungen, die in solchen Zusammensetzungen vorhanden sind, ebenfalls ausgetrieben werden, wodurch die Menge derartiger Verbindungen in dem gehärteten Produkt verringert wird. Weiterhin können, wie vorstehend diskutiert ist, die Beschichtungsgewichte herabgesetzt werden durch Dispergieren der Trennzusammensetzung in einem Lösungsmittel, wodurch die Gesamtmenge der erforderlichen Silikontrennzusammensetzung herabgesetzt wird. Dies wiederum führt zu beträchtlich verringerten Gesamtmengen von extrahierbaren Substanzen. Als eine Folge können die Trennbeschichtungen nach der Erfindung eine minimale oder im Wesentlichen keine Übertragung von ungehärtetem Silikon zu benachbarten Oberflächen zeigen, beispielsweise zu der Rückseite des Substrats, wenn es in Rollenform aufbewahrt wird, zu Klebstoffschichten, usw.

[0040] Die Menge an wandernden Silikonen in einer Trennbeschichtung kann charakterisiert werden durch Analysieren der Oberfläche eines Klebstoffs für Silizium nach dem Kontakt mit der Beschichtung. Die Röntgenstrahlen-Fotoelektronenspektroskopie (XPS) ist die für diese Studie häufig verwendete analytische Technik. XPS wird auch als ESCA (Elektronenspektroskopie für chemische Analyse) bezeichnet. Die Prüfung charakterisiert die haftende Oberfläche durch Bestimmen des Prozentsatzes bestimmter Elemente. Elementares Silizium wird quantifiziert und als der Atomprozentsatz aller relevanten Elemente in dem Klebstoff mitgeteilt. Im Allgemeinen werden einige Übertragungen bei allen Silikontrennbeschichtungen gesehen, aber das Ziel ist, diese soweit wie möglich herabzusetzen. Ergebnisse unter 5% Silizium werden allgemein als geringe Wanderung oder Übertragung von Silikon angesehen.

[0041] Die Trennbeschichtungen nach der Erfindung können kombiniert mit anderen im Stand der Technik bekannten Blattmaterialien verwendet werden. Zum Beispiel kann, wie in [Fig. 3](#) illustriert ist, Klebstoff auf die Trennschicht des Trennbeschichtungsblatts aufgebracht werden, um eine Klebstoffschicht **32** zu bilden, die lösbar an der Trennbeschichtung **20** haftet. Die zusammengesetzte Klebstoffschicht/Trennbeschichtungsstruktur kann danach in einander zugewandte Beziehung mit einem geeigneten Substrat gebracht werden, um eine Trennbeschichtung/Klebstoff/Substrat-Struktur derart zu bilden, dass die Klebstoffschicht zwischen dem Substrat und dem Trennbeschichtungsblatt angeordnet ist. Alternativ kann der Klebstoff zwischen zwei Trennbeschichtungen angeordnet sein, um eine ungestützte Klebstoffkonstruktion zu bilden.

[0042] Die Klebstoffschicht kann aus verschiedenen geeigneten herkömmlichen Klebstoffen nach dem Stand der Technik gebildet sein, vorzugsweise einem druckempfindlichen Klebstoff. Druckempfindliche Klebstoffe in trockener Form (im Wesentlichen lösungsmittelfrei mit Ausnahme von restlichem Lösungsmittel) sind typi-

scherweise aggressiv und permanent klebend bei Raumtemperatur (zum Beispiel von etwa 15 bis etwa 25°C), und haften fest an verschiedenen Oberflächen bei Kontakt ohne Erfordernis eines höheren als manuellen Drucks. Solche Klebstoffe erfordern typischerweise keine Aktivierung durch Wasser, Lösungsmittel oder Wärme, um eine stark haftende Haltekraft gegenüber Materialien wie Papier, Glas, Kunststoff, Holz und Metallen auszuüben.

[0043] Beispielhafte druckempfindliche Klebstoffe können auf Gummi-Harzmaterialien, Polyolefinen, Acrylen, Polyurethanen, Polyester und Polyamiden beruhen. Der druckempfindliche Klebstoff kann auf Lösungsmittel basieren, auf Wasser basieren, aus 100% Feststoffen bestehen, auf Heißschmelze basieren oder anderen Formen, wie im Stand der Technik bekannt ist. Die Klebstoffe können durch Wärme, UV- oder EB-Strahlung oder andere im Stand der Technik bekannte Techniken vernetzt werden. Spezifische Beispiele für druckempfindliche Klebstoffe enthalten auf Polyolefinen basierende Polymere wie auf Polypropylen oder Polyethylen basierende Polymere, und Ethylen-Copolymere wie Ethylenvinylacetat-Copolymere; auf Acryl basierende Klebstoffe wie Isooctylacrylat/Acrylicsäure-Copolymere und klebrig gemachte Acrylat-Copolymere; klebrig gemachte, auf Gummi basierende Klebstoffe wie klebrig gemachte Styrol-Isopren-Styrol-Blockcopolymere, klebrig gemachte Styrol-Butadien-Styrol-Blockcopolymere und Nitrilkautschuke wie Acrylnitril-Butadien. Druckunempfindliche Beschichtungen wie Tinten, thermisch aktivierte Klebstoffe, Lösungsmittelaktivierte Klebstoffe und der gleichen können ebenfalls verwendet werden.

[0044] Das Stützsubstrat kann von jedem der vorbeschriebenen Typen von Substraten sein. Vorteilhaft wird eine Oberfläche des Stützsubstrats des zusammengesetzten Produkts entgegengesetzt der Klebstoffschicht **32** für Aufdrucke, zum Beispiel Tinten empfänglich gemacht. Aufdrucke können auf die Oberfläche des Stützsubstrats vor oder nach seinem Gebrauch aufgebracht werden, beispielsweise vor oder nach der Aufbringung der Deckschicht auf eine Substratoberfläche. Die Oberfläche kann auch geprägt, gefärbt, metallisiert oder in anderer Weise dekoriert werden. Die Oberfläche des Stützsubstrats kann für Aufdrucke unter Verwendung von im Stand der Technik bekannten Verfahren empfänglich gemacht werden, wie Koronabehandlung der Substratoberfläche, Aufbringen einer zusätzlichen Schicht auf die Substratoberfläche, die für Aufdrucke empfänglich ist, und dergleichen. Die Trennbeschichtungen nach der Erfindung sind besonders nützlich für die vorbeschriebenen Anwendungen. Die extrem niedrigen Pegel von extrahierbaren und flüchtigen Substanzen minimieren Druckprobleme wie schlechte Haftung oder Nichtbenetzung aufgrund der Übertragung von Silikon von der Rückseite der Trennbeschichtung zu der zugewandten Seite des Stützsubstrats.

[0045] Die Verwendung von mit Lösungsmittel aufgebrachten strahlungshärtbaren Silikontrennzusammensetzungen als Trennschichten in den Trennbeschichtungsblättern nach der vorliegenden Erfindung kann zu verschiedenen wünschenswerten Eigenschaften führen. Da die Beschichtungsgewichte verringert sind, können die Herstellungskosten wie die Kosten für Harz herabgesetzt werden. Zusätzlich kann das Verfahren einfach an die gegenwärtig bestehende Ausrüstung angepasst werden, wie die für thermisch gehärtete Systeme verwendete. Noch weiterhin kann das Verfahren erhöhte Herstellungsgeschwindigkeiten ergeben, wodurch die Produktivität erhöht wird.

[0046] Die vorliegende Erfindung wird weiterhin durch die folgenden, nicht beschränkenden Beispiele beschrieben.

Beispiel 1

[0047] Ein zweitausendstel Zoll dicker Polyesterfilm (Mylar® Typ A, geliefert von Dupont) wird mit einer strahlungshärtbaren Silikonzusammensetzung, die in einem Lösungsmittel dispergiert ist, mittels eines Verfahrens wie direkter Gravurbeschichtung oder Meyer-Stabbeschichtung beschichtet. Die Silikonbeschichtung erfolgt auf einer Seite. Nachdem das Silikon aufgebracht ist, wird das Material durch einen Ofen mit erzwungener Luft bei einer Temperatur von 200°F und einer Liniengeschwindigkeit von 400 Fuß pro Minute geleitet, um Lösungsmittel zu entfernen, und dann UV-Licht ausgesetzt (zwei Bänke von Fusion H-Mitteldruck-Quecksilber-UV-Kolben mit Nennleistung von 375 Watt in jeder), um die Silikontrennbeschichtung chemisch zu vernetzen.

[0048] Die auf Lösungsmittel basierende strahlungshärtbare Silikontrennzusammensetzung enthält die folgenden Komponenten:

| Bestandteil | Menge |
|-------------------------------|------------|
| Rhodia PC-620 Epoxid-Silikon | 18 Teile |
| Rhodia PC-702 Fotokatalysator | 0,54 Teile |
| Heptan | 248 Teile |
| Toluol | 44 Teile |

[0049] Rhodia PC-620 ist ein Epoxid-funktionalisiertes Silikon, das kommerziell von Rhodia Silicones erhältlich ist, und Rhodia PC-702-Fotokatalysator ist ein Fotoinitiator, der auch kommerziell von Rhodia Silicones erhältlich ist.

[0050] Die Eigenschaften der Trennbeschichtung sind nachfolgend aufgeführt, gegeben als typische Werte:

| | |
|---------------------------|--|
| Dicke | 2/1000 Zoll |
| Beschichtungsgewicht | Ziel 0,15 engl. Pfund/3000 Quadratfuß (0, 28g/m ²) |
| Trennkraft | 25 g/2 Zoll Breite |
| Herausziehbare Substanzen | < 3% des Beschichtungsgewichts |
| Flüchtige Substanzen | 100 ng/cm ² |
| Nachfolgende Adhäsion | > 90% der Steuerung |

[0051] Die Dicke wurde gemessen unter Anwendung des ASTM-Prüfverfahrens E252. Das Beschichtungsgewicht, die Trennkraft und die nachfolgende Adhäsion wurden ausgewertet unter Anwendung der internen Prüfverfahren RR STM Nummer 32; RR STM Nummer 8; beziehungsweise RR STM Nummer 42, wie nachfolgend beschrieben wird.

STM Nummer 36 – Beschichtungsgewicht durch Röntgenstrahlen-Fluoreszenzspektrofotometer

[0052] Diese Prüfung bestimmt das Beschichtungsgewicht einer Trennbeschichtung unter Verwendung eines Röntgenstrahlen-Fluoreszenzspektrofotometers. (Oxford Analyzer- Lab X-3000)

- 1) Auswählen des Typs der Trennbeschichtung (Papier oder polybeschichtetes Papier, tonbeschichtetes Papier oder Film)
- 2) Prüfen der unbeschichteten Rohprobe aus derselben Partie wie die Trennbeschichtung.
- 3) Prüfen der silikonbeschichteten Seite der Trennbeschichtung, die dasselbe Substrat wie die Rohprobe verwendet hat.

[0053] Auslesen des Silikongewichts in englischen Pfund/3000 Quadratfuß.

STM Nummer 8-Trennprüfung

[0054] Die STM Nummer 8-Trennprüfung misst die Kraft, die erforderlich ist, um einen Acryl-PSA (druckempfindlicher Klebstoff) von einer Trennbeschichtung zu entfernen.

- 1) Ein Acrylklebstoff auf Lösungsmittelbasis, National 80-1068, wird auf die Trennbeschichtung mit einer fünftausendstel Zoll-Byrdstange aufgebracht, dann während 5 Minuten bei Raumtemperatur luftgetrocknet und nachfolgend während 10 Minuten in einem auf 158°F vorgeheizten Zwangsluftofen ofengetrocknet.
- 2) Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird ein 3 Zoll breites Silikonspleißband auf den Klebstoff in der CD-Richtung mit einer 4,5 englische Pfund-Standardlaborrolle laminiert.
- 3) Unmittelbar wird ein 2 Zoll breiter, 10 Zoll langer Streifen geschnitten und das Band mit einem TL-MI-Trennprüfgerät bei 12 Zoll pro Minute und einem Winkel von 135° abgeschält. Der durchschnittliche Trennwert des Abziehens wird in Gramm/2 Zoll aufgezeichnet.

STM Nummer 42-nachfolgende Adhäsion

[0055] Die STM Nummer 42-Prüfung der nachfolgenden Adhäsion misst die Wirkung der Silikonbeschichtung und des Substrats nach dem Verringern der Klebeigenschaften des National 80-1068 Acrylklebstoffs auf Lösungsmittelbasis an einer Metallplatte. Der Prüfstreifen wird erhalten durch STM Nummer 44, die ähnlich STM Nummer 8 ist, mit der Ausnahme, dass eine eintausendstel Zoll-Polyesterschicht auf den Klebstoff anstelle des Silikonklebstoffbandes laminiert ist.

- 1) Ein 1 Zoll-Streifen wird von der Mitte der hergestellten Probe geschnitten (Trennschicht/Klebstoff/Polyester)
- 2) Der 1 Zoll-Streifen wird auf eine saubere trockene Metallplatte durch zweimaliges Rollen mit der 4,5 englische Pfund-Laborrolle aufgebracht.

- 3) Nach 30 bis 40 Sekunden wird der Prüfstreifen unter Verwendung des TLMI mit 12 Zoll pro Minute (IPM), 180° Abzug, von der Platte gezogen.
- 4) Die Steuerprobe wird hergestellt und in derselben Weise geprüft, mit der Ausnahme, dass die Trennschicht durch Polyester ersetzt ist.
- 5) Die nachfolgende

$$\% \text{- Haftung} = \frac{\text{Prüfdurchschnitt (Gramm)}}{\text{Steuerdurchschnitt (Gramm)}} \times 100$$

[0056] Herausziehbare Substanzen wurden unter Verwendung der vorbeschriebenen RR STM Nummer 83 gemessen.

[0057] Flüchtige Substanzen wurden ausgewertet unter Verwendung einer Gaschromatographie/Massenpektrometrie-Prüfung, wie vorbeschrieben ist, die ein Maß für flüchtige Substanzen ist, die unter den Bedingungen eines hohen Unterdrucks oder einer hohen Temperatur ausgasen. Eine bekannte Materialmenge wird einer bestimmten Temperatur und Zeit unterzogen. Für diese Analysen wurden 100°C während 30 Minuten verwendet.

[0058] Die flüchtigen Substanzen wurden eingefangen und durch einen Gaschromatographen und dann ein Massenspektrometer geleitet, um die Menge und die chemische Zusammensetzung der verschiedenen Verbindungen zu identifizieren. Die Technik ist sehr genau für extrem niedrige Pegel und kann in Nanogramm pro Quadratzentimeter ausgedrückt werden. Die Technik ist ausgebildet zum Quantifizieren möglicher Verunreinigungen, die empfindliche mikroelektronische Ausrüstungen wie Plattenlaufwerke beschädigen können.

Beispiel 2

[0059] Das zweite Beispiel ist ähnlich dem ersten dahingehend, dass das Substrat auch ein zweitausendstel Zoll dicker Polyesterfilm ist. Jedoch werden 15% Feststoffe verwendet (gegenüber 6% bei Beispiel 1). Das Verfahren der Silikonaufbringung auf das Substrat ist direkte Gravur, und das Zielbeschichtungsgewicht ist 0,40 Gramm pro Quadratmeter (gsm) trocken. Das Lösungsmittelsystem ist eine Mischung aus Methylmethyleketon (MEK) und Cyclohexanon. Die Formel ist wie folgt:

| Bestandteil | Menge |
|-------------------------------|------------|
| Rhodia PC-600 Epoxid-Silikon | 15,0 Teile |
| Rhodia PC-670 Silikonzusatz | 0,75 Teile |
| Rhodia PC-702 Fotokatalysator | 0,45 Teile |
| Cyclohexanon | 8,5 Teile |
| Methylmethyleketon | 76,5 Teile |

[0060] Rhodia PC-600 ist ein Epoxid-funktionalisiertes Silikon, das kommerziell von Rhodia Silicones erhältlich ist. Rhodia PC-670-Silikonzusatz ist ein Epoxidfunktionalisiertes Silikon, das zur Erhöhung von Trenneigenschaften verwendet wird, ebenfalls kommerziell erhältlich von Rhodia Silicones.

[0061] Die Verarbeitung erfolgt in einer ähnlichen Weise wie bei dem vorstehenden Beispiel 1. Nachdem das Silikon aufgebracht ist, wird das Material durch einen Zwangsluftofen bei einer Temperatur von 250°F und einer Liniengeschwindigkeit von 400 Fuß pro Minute geführt, um Lösungsmittel zu entfernen, und dann UV-Licht ausgesetzt (zwei Bänke von Fusion H-Mitteldruck-Quecksilber-UV-Kolben mit 375 Watt Nennleistung in jeder), um die Silikontrennschicht chemisch zu vernetzen. Das chemische Silikonsystem ist im Stand der Technik bekannt, wie beispielsweise in Journal of Coatings Technology, Band 67, Nummer 851, Dezember 1995, Seiten 71-78, beschrieben ist. Das System ist ein Epoxid-funktionalisiertes Polydimethylsiloxanpolymer, das durch einen kationischen Mechanismus vernetzt ist.

[0062] Die Eigenschaften dieses Trennschichtprodukts, die wie im Beispiel 2 beschrieben gemessen wurden, sind:

| | |
|---------------------------|--|
| Dicke | 2/1000 Zoll |
| Beschichtungsgewicht | 0,21 engl. Pfund/3000 Quadratfuß (0,34 g/m ²) |
| Trennkraft | 22 g/2 Zoll Breite |
| Herausziehbare Substanzen | 2,3 % des Beschichtungsgewichts (0,79 µg/cm ²) |
| Nachfolgende Adhäsion | > 90% der Steuerung |

[0063] Das Trennprofil kann als leichte Trennung beschrieben werden, das heißt, die meisten druckempfindlichen Klebstoffe schälen sich leicht von der Oberfläche ab.

Beispiel 3

[0064] Dieses Beispiel illustriert die Herstellung einer zweiseitigen Trennbeschichtung auf einem polyethylenbeschichteten Papier. Das Papier ist ein gebleichtes Kraftpapier, das auf zwei Seiten mit hochdichtem Polyethylen auf ein Endbasisgewicht von 61 englischen Pfund pro 3000 Quadratfuß beschichtet ist. Durch Beschichten mit Silikon auf zwei Seiten kann ein zweiseitiges Klebstoff- oder Übertragungsband hergestellt werden. Häufig ist es erwünscht, dass eine Seite der Trennbeschichtung eine höhere Abschälkraft als die andere hat, um zu gewährleisten, dass der Klebstoff auf einer Seite des Bandes bleibt während Abwickel- oder Laminierungsvorgängen bei dem Umwandlungsverfahren. Dies wird als Differenztrennbeschichtung bezeichnet. Die Formeln sind wie folgt:

| | |
|--------------------------------------|------------|
| Formel für leichte Trennung (SWN56A) | Menge |
| Rhodia PC-620 Epoxid-Silikon | 4 Teile |
| Rhodia PC-702 Fotokatalysator | 0,08 Teile |
| Toluol | 48 Teile |
| Heptan | 48 Teile |

Prozent Feststoffe = 4

| | |
|--------------------------------------|--------------|
| Formel für schwere Trennung (SWBP5) | Menge |
| GE Silicones UV9315 Epoxid-Silikon | 9,0 Teile |
| GE Silicones UV9430 Epoxid-Silikon | 9,0 Teile |
| GE Silicones UV9380C Fotokatalysator | 0,55 Teile |
| Toluol | 36,92 Teile |
| Heptan | 243,25 Teile |

Prozent Feststoffe = 6,2

[0065] GE-Silicone UV9315 und UV9430 sind auch strahlungshärtbare Epoxid-funktionalisierte Silikone, die kommerziell von General Electric Silicones erhältlich sind. GE-Silicone UV9380C Fotokatalysator ist ein Photo-initiator, der kommerziell von General Electric Silicones erhältlich ist.

[0066] Die Zusammensetzungen werden in einer Weise ähnlich wie bei dem vorstehenden Beispiel 1 aufgebracht. Das Substrat wird durch einen Doppel-Meyerstab beschichtet, und dann wird das Band durch einen thermischen Ofen befördert, um die Trägerlösungsmittel zu entfernen. Schließlich wird die Vernetzungsreaktion durch UV-Bestrahlung initiiert.

[0067] Die Eigenschaften der fertigen Trennbeschichtung können wie folgt zusammengefasst werden.

| Parameter | Seite mit leichter Trennung | Seite mit schwerer Trennung |
|----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Abriebfestigkeit | gut | gut |
| Trennkraft | | |
| 12 Zoll/Min | 20 g/Zoll | 24 g/Zoll |
| 300 Zoll/Min | 36 g/Zoll | 48 g/Zoll |
| 600 Zoll/Min | 31 g/Zoll | 50 g/Zoll |
| 1200 Zoll/Min | 33 g/Zoll | 51 g/Zoll |
| Beschichtungsgewicht | 0,30 engl. Pfund/3000 Quadratfuß | 0,57 engl. Pfund/3000 Quadratfuß |

[0068] "Gute" Abriebfestigkeit zeigt an, dass ein festes Reiben mit dem Zeigefinger nicht bewirkt, dass die Silikonbeschichtung von dem Substrat abgerieben wird. Die Trennkraft wird unter Anwendung des folgenden Prüfverfahrens gemessen: STM Nummer 103 ist eine interne Prüfung für Rexam Release zum Bestimmen des Pegels der Trennkraft für eine Beschichtung unter Verwendung eines Tesa 7475-Acrylklebstoffbands. Das Tesa 7475-Band wird in Streifen von 1 Zoll mal 7 Zoll geschnitten, auf die Trennbeschichtung in der Bandquerrichtung aufgebracht und durch eine hin- und hergehende Rollbewegung mit einer 4,5 englische Pfund-Rolle aufgedrückt. Die Probe wird zwischen rostfreien Stahlplatten von 3 Zoll mal 6 Zoll angeordnet, wobei ein Gewicht von 1,5 englischen Pfund auf jedem Stapel über der Stahlplatte angeordnet wird. Die belasteten Probenstapel werden während 20 + 1 Stunden in einem Ofen bei 150°F angeordnet. Nach den 20 Stunden werden die Proben aus dem Ofen genommen. Ein TLMI-Abschälinstrument wird zum Messen der Trennkraft verwendet. Das Band wird von der Trennbeschichtung mit einer in der Tabelle angezeigten Abschälgeschwindigkeit und unter einem Winkel von 135° abgezogen. Die durchschnittlichen und Spitzentrennwerte werden aufgezeichnet. Üblicherweise wird der Durchschnittswert in g/Zoll mitgeteilt. Das Beschichtungsgewicht wird unter Anwendung des im vorstehenden Beispiel 1 beschriebenen Prüfverfahrens bestimmt.

[0069] Wie vorstehend ersichtlich ist, wird eine unterschiedliche Trennung bei den vier Abschälgeschwindigkeiten erzielt, wobei die Seite mit schwerer Trennung eine höhere Trennkraft hat als die Seite mit leichter Trennung. Die Abschälgeschwindigkeit bezieht sich auf die Abschälgeschwindigkeit des Klebstoffbands von der Trennbeschichtung.

Beispiel 4

[0070] Ein hochdichter Polyethylenfilm von 3/1000 Zoll Dicke als Substrat wird als eine zweiseitige Differenztrennbeschichtung beschichtet. Das Substrat kann natürlich oder pigmentiert sein, wie kommerziell erhältliche Substrate von Banner Packaging in Oshkosh, WI oder Huntsman Packaging in South Deerfield, Massachusetts. Das hochdichte Polyethylen wird über ein Blasfilmverfahren hergestellt. In diesem Beispiel werden Silikonacrylat-Trennbeschichtungen verwendet, um die Trennflächen vorzusehen.

[0071] Das Silikonbeschichtungsverfahren kann durch Techniken wie Direktgravur, Offsetgravur, Multirollenbeschichtung oder Meyerstabbeschichtung erfolgen. Häufig ist eine Koronabehandlung hilfreich, um die Oberflächenenergie des Substrats zu erhöhen und die Verankerung des Silikons an der Polyethylen-Oberfläche zu fördern. Wieder werden die Lösungsmittel von der Oberfläche durch Zwangsluft- oder thermische Öfen verdampft. Nachdem das Lösungsmittel entfernt ist, kann das Silikon durch Ultraviolettstrahlung (UV) vernetzt werden. Eine inerte Atmosphäre wie eine Stickstoffdecke wird im Gegensatz zu Luft empfohlen, da Sauerstoff ein Scavenger für den Polymerisationsmechanismus mit freien Radikalen, den dieses System verwendet, ist. Die Rolle wird wieder aufgewickelt, auf gewünschte Breite geschnitten oder geschlitzt und für den Versand verpackt.

[0072] Die bei diesem Beispiel verwendete Formulierung ist wie folgt:

| | |
|--|-----------|
| Formel für schwere Trennung (AC19) | Menge |
| Goldschmidt Tego™RC-711 Silikonacrylat | 7 Teile |
| Goldschmidt Tego™RC-708 Silikonacrylat | 3 Teile |
| Darocur 1173 (Ciba-Geigy) | 0,3 Teile |
| Toluol | 15 Teile |
| Heptan | 135 Teile |

| | |
|--|------------|
| Formel für leichte Trennung (AC18) | Menge |
| Goldschmidt Tego™RC-711 Silikonacrylat | 4 Teile |
| Goldschmidt Tego™RC-708 Silikonacrylat | 4 Teile |
| Darocur 1173 (Ciba-Geigy) | 0,24 Teile |
| Toluol | 9,0 Teile |
| Heptan | 81,0 Teile |

[0073] Typische Eigenschaften der fertig gestellten Trennbeschichtungsmaterialien, gemessen wie vorstehend im Beispiel 1 beschrieben, werden wie folgt erwartet:

| | |
|---------------------------|------------------------------|
| Dicke | 3/1000 Zoll |
| Trennkraft | |
| Feste Seite | 25 g/2 Zoll Breite |
| Leichte Seite | 8 g/2 Zoll Breite |
| Herausziehbare Substanzen | 2% des Beschichtungsgewichts |
| Beschichtungsgewichte | 0,4 g/m ² |

Beispiel 5

[0074] Die Siliziumübertragungseigenschaften von verschiedenen Trennbeschichtungen werden analysiert unter Verwendung von XPS, wie vorstehend beschrieben ist. Die XPS-Ergebnisse für mehrere gemeinsame Typen von Siliziumtrennbeschichtungen und zwei Trennbeschichtungen nach der Erfindung sind wie nachfolgend dargestellt:

| | |
|--------------------------|-------------------------------------|
| Formeltyp | % Silizium auf Klebstoff-Oberfläche |
| Zinnlösungsmittel | 3,4% |
| UV-Lösungsmittelfrei | 4,0% |
| Platin lösungsmittelfrei | 4,0% |
| Platin Lösungsmittel | 6,8% |
| Probe A ¹ | 2,9% |
| Probe B ² | 1,3% |

¹ Trennbeschichtung nach der Erfindung, wie im vorstehenden Beispiel 1 beschrieben hergestellt.

² Trennbeschichtung nach der Erfindung, ähnlich der des vorstehenden Beispiels 1 hergestellt, aber mit einer modifizierten Formel wie folgt:

| Bestandteil | Menge |
|-------------|-------------|
| PC-601 | 18,0 Teile |
| Heptan | 254,1 Teile |
| Toluol | 28,2 Teile |
| PC-702 | 0,36 Teile |

[0075] PC-601 ist erhältlich von Rhodia Silicones. Es ist ein Polydimethylsiloxan mit einer höheren Viskosität als PC-600. Die Viskosität von PC-600 beträgt angenähert 300 Centipoise, während die Viskosität von PC-601 angenähert 5000 Centipoise beträgt.

[0076] National Starch 1068-Klebstoff wird auf die Trennbeschichtung nass geschleudert und während 5 Minuten luft-getrocknet und dann während 10 Minuten bei 158°F getrocknet. Ein Polyesterflächenmaterial wird dann auf den Klebstoff laminiert. Der Klebstoff wird von der Beschichtung entfernt und durch XPS geprüft. Die Prüfung erfolgte mit einem Auftreffwinkel der Röntgenstrahlen von 40°.

Beispiel 6

[0077] Proben von Trennbeschichtungen nach der Erfindung und herkömmlichen UV-gehärteten, auf Silikon basierenden Trennbeschichtungen wurden auf den Gehalt von flüchtigen Substanzen analysiert durch Ausgasen, wie vorstehend beschrieben ist. Die Proben wurden während 30 Minuten bei 100°C in dem dynamischen Kopfraum-Ausgasinstrument erwärmt und durch Gaschromatographie und Massenspektroskopie analysiert. Die Hauptausgaskomponenten waren Siloxane. Die Trennbeschichtungen nach der Erfindung hatten etwa ein Zehntel soviel Ausgasmaterial wie eine Trennbeschichtung, die unter Verwendung eines ohne Lösungsmittel aufgebrachten UV-Aushärt-Silikonsystems hergestellt wurde. Dies ist im Gegensatz zu den a priori erwarteten Werten von einem Viertel soviel Ausgasmaterial auf der Grundlage nur von Silikonbeschichtungs-Gewichtsdifferenzen der Proben. Die Ergebnisse sind nachfolgend wiedergegeben.

| Probe | Niedrigsiedende > C6-C10 (ppmw) | Mittelsiedende >C10-C20 (ppmw) | Hochsiedende >C20 (ppmw) | Summe aller >C6 Organischen (ppmw) |
|-------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|--------------------------|------------------------------------|
| Probe C ¹ 200/200°F | 1 | 4 | 2 | 7 |
| Probe D ² 250/250°F | <1 | 2 | 1 | 3 |
| Probe E ³ keine Wärme | <1 | 23 | 17 | 40 |

[0078] Proben C und D sind Trennbeschichtungen, die nach dem vorstehenden Beispiel 1 hergestellt sind, mit der Ausnahme, dass die Probe C in einem Ofen bei einer Temperatur von 200°F erwärmt wurde und die Probe D bei einer Temperatur von 250°F, um das Lösungsmittel zu verdampfen. Die Probe E ist eine herkömmliche UV-härtbare Trennbeschichtung, die ohne Lösungsmittel hergestellt und ohne einen Erwärmungsschritt gehärtet wurde und ein Silikonbeschichtungsgewicht von etwa 0,75 englische Pfund pro 3000 Quadratfuß (1,2 g/m²) hat. Nachfolgend sind semiquantitative Mengen von individuell identifizierten Verbindungen für jede Probe wiedergegeben:

| Verbindungen | Probe C | Probe D | Probe E |
|--|---------|---------|---------|
| Alkohol | <1 | <1 | 3 |
| Cyclo-D6 | <1 | <1 | <1 |
| Cyclo-D7 | <1 | <1 | 3 |
| Cyclo-D8 | <1 | <1 | 3 |
| Cyclo-D9 | <1 | <1 | 3 |
| Cyclo-D10 | <1 | <1 | 2 |
| Cyclo-D11 | <1 | <1 | 2 |
| Cyclo-D12 | <1 | <1 | 1 |
| Andere Siloxane | 1 | <1 | 2 |
| Gesamtsiloxane Mikrogramm/cm ² | 0,057 | 0,032 | 0,474 |

[0079] Viele Modifikationen und andere Ausführungsbeispiele der Erfindung fallen dem Fachmann auf dem Gebiet dieser Erfindung ein, die den Nutzen der in der vorangehenden Beschreibung und den beigefügten Zeichnungen dargestellten Lehre haben. Daher ist darauf hinzuweisen, dass die Erfindung nicht auf die offebarten spezifischen Ausführungsbeispiele beschränkt ist und dass Modifikationen und andere Ausführungsbeispiele im Bereich der angefügten Ansprüche enthalten sein sollen. Obgleich spezifische Begriffe hier verwendet werden, werden sie nur in einem generischen und beschreibenden Sinn und nicht zum Zwecke der Beschränkung benutzt.

Patentansprüche

1. Trennschicht, welche aufweist:
ein Substrat mit einander abgewandten Oberflächen; und

eine strahlungsgehärtete Silikontrennbeschichtung in einem organischen Lösungsmittel, das auf eine Oberfläche hiervon aufgebracht ist, welche Beschichtung nicht mehr als etwa 1,5 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe und nicht mehr als etwa 10 ppm flüchtige Silikonverbindungen aufweist; wobei die Trennschicht durch den Prozess hergestellt ist, in welchem:

eine Zusammensetzung, die ein strahlungshärtbares Silikontrennmittel in einem organischen Lösungsmittel aufweist, wird auf eine Oberfläche eines Substrats aufgebracht;

das beschichtete Substrat wird erwärmt, wahlweise in der Anwesenheit von Luft hoher Geschwindigkeit, die ausreichend ist, um im Wesentlichen das gesamte Lösungsmittel zu entfernen; und

das beschichtete Substrat wird einer Strahlung unter Bedingungen ausgesetzt, die ausreichend sind, um das strahlungshärtbare Silikonsperrmittel im Wesentlichen auszuhärten, um eine strahlungsgehärtete Silikontrennbeschichtung zu bilden.

2. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,9 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

3. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,4 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

4. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,2 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

5. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der die Beschichtung nicht mehr als etwa 2,0 ppm flüchtige Verbindungen aufweist.

6. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der die Beschichtung weiterhin im Wesentlichen keine Übertragung von ungehärtetem Silikon zu benachbarten Oberflächen zeigt.

7. Tennschicht nach Anspruch 1, weiterhin aufweisend eine zweite Trennbeschichtung auf einer Oberfläche des Substrats, die der strahlungsgehärteten Silikontrennbeschichtung abgewandt ist.

8. Tennschicht nach Anspruch 7, bei der die zweite Trennbeschichtung auch nicht mehr als etwa 1,5 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

9. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der das Substrat ein polyolefinbeschichtetes Papier aufweist.

10. Tennschicht nach Anspruch 1, bei der das Substrat einen Polymerfilm aufweist.

11. Tennschicht nach Anspruch 10, bei der der Polymerfilm einen Film aufweist, der ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Polyolefin-, Polyester-, Polyvinylchlorid-, Polyamid-, Polystyrol-, Copolyester-, Polycarbonat- und Polyketon-Filmen.

12. Verfahren zum Herstellen einer Trennschicht, das die Schritte aufweist:

Aufbringen einer Zusammensetzung aufweisend ein strahlungshärtbares Silikontrennmittel in einem organischen Lösungsmittel auf eine Oberfläche eines Substrats, welche Zusammensetzung auch flüchtige Siloxanverbindungen aufweist;

Erwärmen des beschichteten Substrats, wahlweise in der Anwesenheit von Luft hoher Geschwindigkeit, unter Bedingungen, die ausreichend sind, um im Wesentlichen das gesamte Lösungsmittel und im Wesentlichen die gesamten flüchtigen Siloxanverbindungen zu entfernen; und

Aussetzen des beschichteten Substrats einer Bestrahlung unter Bedingungen, die ausreichend sind, um das strahlungshärtbare Silikontrennmittel im Wesentlichen auszuhärten, zur Bildung einer strahlungsgehärteten Silikontrennbeschichtung, die nicht mehr als etwa 10 ppm flüchtige Siloxanverbindungen aufweist.

13. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Beschichtung nicht mehr als etwa 1,5 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

14. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,9 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

15. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,4 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.

16. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Beschichtung nicht mehr als etwa 0,2 Mikrogramm pro Quadratzentimeter insgesamt extrahierbare Stoffe aufweist.
17. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Beschichtung nicht mehr als etwa 2,0 ppm flüchtige Verbindungen aufweist.
18. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die Zusammensetzung etwa 1 bis etwa 90 Gewichtsprozent strahlungshärtbares Silikontrennmittel und etwa 99 bis etwa 10 Gewichtsprozent Lösungsmittel aufweist.
19. Verfahren nach Anspruch 18, bei dem die Zusammensetzung etwa 4 bis etwa 20 Gewichtsprozent strahlungshärtbares Silikontrennmittel und etwa 96 bis etwa 80 Gewichtsprozent Lösungsmittel aufweist.
20. Verfahren nach Anspruch 19, bei dem die Zusammensetzung etwa 6 bis etwa 15 Gewichtsprozent strahlungshärtbares Silikontrennmittel und etwa 94 bis etwa 85 Gewichtsprozent Lösungsmittel aufweist.
21. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem das Lösungsmittel aus der Gruppe bestehend aus aliphatischen Lösungsmitteln, zyklaliphatischen Lösungsmitteln, aromatischen Lösungsmitteln, Keton-Lösungsmitteln und Mischungen von diesen ausgewählt ist.
22. Verfahren nach Anspruch 21, bei dem das aliphatische Lösungsmittel aus der Gruppe bestehend aus Hexan, Heptan und Mischungen hiervon ausgewählt ist.
23. Verfahren nach Anspruch 21, bei dem das zyklaliphatische Lösungsmittel Cyklohexan ist.
24. Verfahren nach Anspruch 21, bei dem das aromatische Lösungsmittel aus der Gruppe bestehend aus Xylol, Toluol und Mischungen hiervon ausgewählt ist.
25. Verfahren nach Anspruch 21, bei dem das Keton-Lösungsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Methylethylketon, Cyklohexanon, Methylisobutylketon und Mischungen hiervon.
26. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem der Aufbringungsschritt das Aufbringen der Zusammensetzung in einer Menge aufweist, die ausreichend ist, ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 1,0 Gramm pro Quadratmeter (trocken) zu ergeben.
27. Verfahren nach Anspruch 26, bei dem der Aufbringungsschritt das Aufbringen der Zusammensetzung in einer Menge aufweist, die ausreichend ist, um ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 0,6 Gramm pro Quadratmeter (trocken) zu ergeben.
28. Verfahren nach Anspruch 27, bei dem der Aufbringungsschritt das Aufbringen der Zusammensetzung in einer Menge aufweist, die ausreichend ist, um ein Beschichtungsgewicht von etwa 0,1 bis etwa 0,3 Gramm pro Quadratmeter (trocken) zu ergeben.
29. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem der Aussetzungsschritt das Bestrahlen des beschichteten Substrats mit einer Elektronenstrahlbestrahlung aufweist.
30. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem der Aussetzungsschritt das Bestrahlen des beschichteten Substrats mit einer Ultravioletstrahlung aufweist.
31. Verfahren nach Anspruch 12, weiterhin aufweisend den Schritt des Aufbringens der Zusammensetzung, die ein strahlungshärtbares Silikontrennmittel in einem organischen Lösungsmittel aufweist, auf eine zweite, abgewandte Oberfläche des Substrats.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

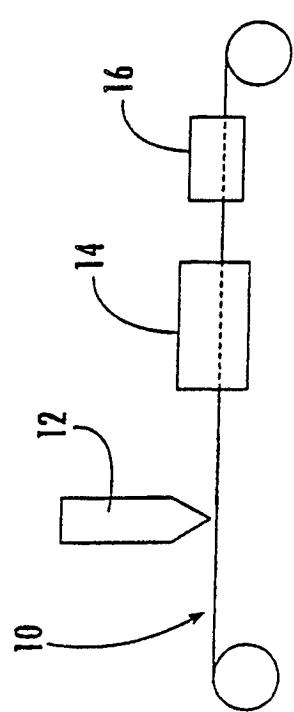


Fig. 1.

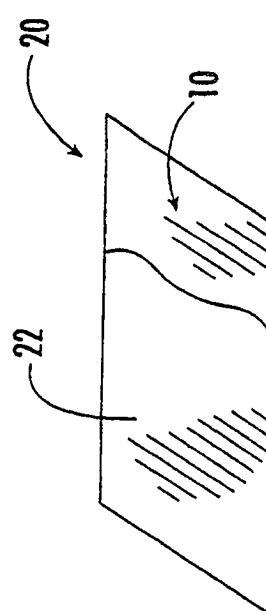


Fig. 2.

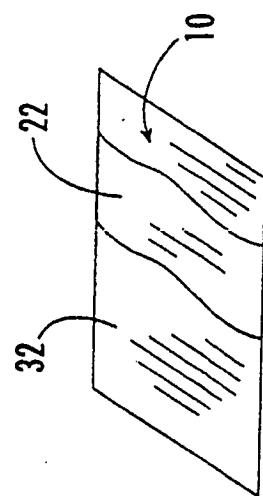


Fig. 3.