



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2009 009 791.0**

(22) Anmeldetag: **20.02.2009**

(43) Offenlegungstag: **26.08.2010**

(51) Int Cl.⁸: **B32B 27/36** (2006.01)

B32B 27/40 (2006.01)

B32B 27/08 (2006.01)

B32B 27/20 (2006.01)

B32B 27/18 (2006.01)

B32B 38/00 (2006.01)

C08J 5/18 (2006.01)

H01L 31/048 (2006.01)

(71) Anmelder:
Mitsubishi Plastics, Inc., Tokio/Tokyo, JP;
Mitsubishi Polyester Film GmbH, 65203
Wiesbaden, DE

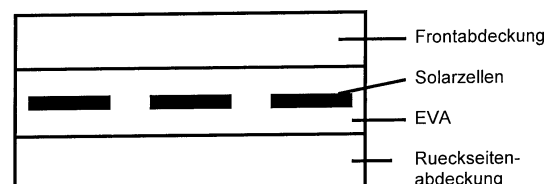
(74) Vertreter:
Plate Schweitzer Zounek Patentanwälte, 65203
Wiesbaden

(72) Erfinder:
Kiehne, Thorsten, Dr., Nagahama, Shiga, JP;
Fujita, Masato, Nagahama, Shiga, JP

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Weißer, beschichtete Polyesterfolie, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine weiße, beschichtete Polyesterfolie, die eine ausgezeichnete Haftung zu Ethylvinylacetat (EVA) aufweist, welches üblicherweise als Verkapselungsmaterial in Solarmodulen eingesetzt wird. Die guten Haftenigenschaften werden mit einer polymeren Beschichtung erreicht, die mindestens ein Polyurethan und einen Vernetzer enthält.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine weiße, beschichtete Polyesterfolie, die eine ausgezeichnete Haftung zu Ethylenvinylacetat (EVA) aufweist, welches üblicherweise als Verkapselungsmaterial in Solarmodulen eingesetzt wird. Die guten Hafteigenschaften werden mit einer polymeren Beschichtung erreicht, die mindestens ein Polyurethan und einen Vernetzer enthält.

[0002] Solarmodule dienen zur direkten Umwandlung von Sonnenlicht in elektrische Energie. Als wichtigsten Bestandteil enthalten sie Gruppen von Solarzellen, die im Solarmodul miteinander in geeigneter Weise elektrisch verbunden sind und in verschiedenen Materialien eingebettet werden. Diese Anordnungen erfüllen u. a. folgende Zwecke:

- transparente, strahlungs- und witterungsbeständige Abdeckung der Solarzellen,
- Schutz der spröden Solarzelle vor mechanischen Einflüssen,
- Schutz der Solarzellen und der elektrischen Verbindungen vor Feuchtigkeit,
- Berührungsschutz der elektrischen Bauteile.

[0003] Typischerweise bestehen Solarmodule aus (siehe [Abb. 1](#)):

- einer transparenten Frontabdeckung, hierbei handelt es sich meist um Glas;
- einem transparenten Kunststoffmaterial, in dem die Solarzellen eingebettet sind; Am häufigsten wird Ethylenvinylacetat (EVA) in Form von Folien verwendet, das bei höherer Temperatur aufschmilzt, mittels geeigneter Additive vernetzt und damit gegen äußere Einflüsse äußerst widerstandsfähig wird. Je nach EVA-Typ bzw. der darin enthaltenen Additive benötigt der Vernetzungsprozess unterschiedlich viel Zeit. Man unterscheidet so genannte „Standard-Cure“- und „Fast-Cure“-Typen.
- einer Rückseitenabdeckung, die prinzipiell transparent oder eingefärbt sein kann. Verwendet werden üblicherweise Kunststofffolien oder Lamine aus Kunststofffolien (z. B. aus Fluorpolymer- und Polyesterfolien). Weiße, nichttransparente Rückseitenabdeckungen bieten den Vorteil, dass Licht, welches zwischen den Solarzellen hindurch fällt, von der Oberseite der Rückseitenabdeckung reflektiert wird, wodurch der Wirkungsgrad der Solarmodule vergrößert wird.

[0004] [Fig. 1](#) zeigt den prinzipiellen Aufbau eines Solarmoduls zur photovoltaischen Stromerzeugung.

[0005] Im Herstellungsprozess von Solarmodulen werden Frontabdeckung, EVA mit Solarzellen und Rückseitenabdeckung in einem Vakuum laminator bei Temperaturen von ca. 150°C miteinander verbunden. Um die geforderten langen Lebensdauern von Solarmodulen von 20 bis 40 Jahren zu erreichen, ist es notwendig, eine ausgezeichnete, dauerbeständige Haftung der Front- und Rückseitenabdeckung mit dem EVA-Einbettungsmaterial zu gewährleisten.

[0006] Es wäre wünschenswert, eine weiße, nichttransparente Polyesterfolie mit einer EVA-Haftbeschichtung zu haben, welche eine ausgezeichnete Dauerbeständigkeit gegen Feuchtigkeit und erhöhte Temperatur aufweist und sich zur Verwendung als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen eignet. Die Beschichtung sollte eine gute mechanische Widerstandsfähigkeit haben, um die im Folienherstellungsprozess, der Auf- und Abwicklung der Folie sowie bei der Herstellung der Solarmodule auftretenden Belastungen unbeschadet zu überstehen. Um der Forderung nach kostengünstigerer Verfügbarkeit von Solarstrom entgegenzukommen, sollte sich die Polyesterfolie ferner wirtschaftlich herstellen lassen; solche weißen, beschichteten Folien sind aber bisher nicht bekannt.

[0007] In EP-A-1 826 826 wird eine Polyesterfolie beschrieben, die mit einer EVA-Haftbeschichtung versehen ist. Die Basisfolie kann u. a. auch weiß, schwarz oder andersfarbig eingefärbt sein; in den Beispielen wurden jedoch nur transparente Folien verwendet. Die Beschichtung enthält einen Vernetzer sowie ein Polymer ausgewählt aus der Gruppe Polyester mit einem Glaspunkt von 20 bis 100°C, Acrylate mit einem Glaspunkt von 20 bis 100 Grad°C, Kombinationen dieser Polyester und Acrylate sowie Kombination dieser Polyester und/oder Acrylate mit Polyvinylalkohol mit einem Hydrolysegrad von 70 bis 90 Mol-%. Als Vernetzer können laut der Druckschrift Harnstoff- oder Epoxyverbindungen, Melamin oder Oxazolingruppen enthaltende Polymere verwendet werden, wobei letztere als besonders geeignet beschrieben werden. Aufgrund der bekannten Hydrolyseempfindlichkeit von Estergruppen erscheinen Polyester-basierte Beschichtungen jedoch als wenig geeignet, um eine gute Haftung zu EVA über lange Zeit bei hoher Temperatur und Feuchtigkeit zu gewährleisten. Polyvinylalkohol neigt bereits bei erhöhter Temperatur im Herstellungsprozess von Polyesterfolien bzw. unter Belastung durch Licht und Wärme im Solarmodul zum Abbau und Verfärbung. Die beanspruchte Folie erscheint daher kaum geeignet, um als dauerhafte Rückseitenabdeckung in Solarmodulen verwendet zu werden.

[0008] In EP-A-1 908 587 wird eine mehrschichtige, weiße Folie mit guten Reflektionseigenschaften für sichtbares Licht beansprucht, die als stabil gegen Verfärbung unter Einfluss von UV-Licht beschrieben wird. Die guten Reflektionseigenschaften für sichtbares Licht werden durch eine Ausrüstung einer Schicht der Folie mit 31 bis 60 Gew.-% und einer weiteren Schicht mit 0 bis 30 Gew.-% von inerten Partikeln erreicht. Besonders geeignet hierfür soll laut der Druckschrift Bariumsulfat sein. Als Rohstoff wird neben Polyethylenterephthalat auch Polyethylnaphthalat verwendet. Die Folie soll primär als Reflektor in Flüssigkristallbildschirmen geeignet sein, es wird aber auch eine mögliche Anwendung der Folien zur Rückseitenabdeckung in Solarmodulen erwähnt. Da bei einem derart hohen Anteil von inerten Partikeln in der Folie Abrisse im Herstellungsprozess kaum zu vermeiden sind, ist es jedoch zweifelhaft, ob sich eine solche Folie auch für Solar-Anwendungen noch mit wirtschaftlich vertretbaren Kosten herstellen lässt. Außerdem wird in der Druckschrift nicht erwähnt, wie bei einer Anwendung in Solarmodulen eine gute Haftung zu EVA bei hoher Temperatur und Feuchtigkeit über einen langen Zeitraum sichergestellt wird.

[0009] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine weiße, nichttransparente Polyesterfolie mit einer dauerhaften, äußerst widerstandsfähigen EVA-Haftungsbeschichtung bereitzustellen, die sich, sowohl alleine als auch im Verbund mit anderen Materialien, als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen eignet.

[0010] Die Folie zeichnet sich u. a. durch eine niedrige Transparenz, einen hohen Weißgrad, einen hohen Glanz, einen niedrigen Schrumpf, durch sehr gute Haftungswerte zu EVA, auch bei erhöhter Temperatur und Feuchtigkeit, sowie durch mechanische Widerstandsfähigkeit der Beschichtung aus. Ferner behält die Folie auch bei Einsatz von Eigenregenerat einen niedrigen Gelbwert.

[0011] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Bereitstellung einer weißen, nichttransparenten, beschichteten Polyesterfolie gelöst, wobei die Beschichtung mindestens folgende Komponenten enthält:

- 1.) ein Polyurethan,
- 2.) einen Vernetzer.

[0012] Eine niedrige Transparenz der beschichteten Polyesterfolie bedeutet, dass die Transparenz < 40%, bevorzugt < 35% und besonders bevorzugt < 30%, ist.

[0013] Ein hoher Weißgrad heißt, dass die beschichtete Polyesterfolie einen Weißgrad nach Berger von > 70, bevorzugt > 75 und besonders bevorzugt > 80, hat.

[0014] Mit einem hohen Glanz ist gemeint, dass der Glanz der beschichteten Polyesterfolie, gemessen bei einem Messwinkel von $20^\circ > 5$, bevorzugt > 10 und besonders bevorzugt > 20, ist.

[0015] Ein niedriger Schrumpf heißt, dass die beschichtete Polyesterfolie bei 150°C innerhalb von 15 min in MD- und TD-Richtung weniger als 2,5%, bevorzugt weniger als 2,0% und besonders bevorzugt weniger als 1,5%, schrumpft.

[0016] Sehr gute Haftungswerte zu EVA bedeuten, dass die Kraft, die benötigt wird, um ein Laminat aus der erfindungsgemäß beschichteten Folie und EVA unter einem Winkel von 180° zu trennen > 50 N/15 mm, bevorzugt > 70 N/15 mm beträgt.

[0017] Eine ausgezeichnete Dauerbeständigkeit der EVA-Haftbeschichtung gegen erhöhte Temperatur und Feuchtigkeit heißt, dass die Kraft, die benötigt wird, um ein Laminat aus der erfindungsgemäßen beschichteten Folie und EVA nach Lagerung bei $85^\circ\text{C}/85\%$ rel. Luftfeuchtigkeit über einen Zeitraum von 1.000 h noch mindestens 50% des Anfangswertes beträgt.

[0018] Eine gute mechanische Widerstandsfähigkeit der Beschichtung bedeutet, dass die Harte der Beschichtung, gemessen mittels Nanoindentation, > 0.2 GPa, bevorzugt > 0.25 GPa und besonders bevorzugt > 0.3 GPa, beträgt.

[0019] Geeignet als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen ist die Polyesterfolie, wenn ein Laminat bestehend aus Glas, EVA und der Folie eine beschleunigte Bewitterung in einem Xenon-Bewitterungsgerät gemäß ISO4892 über einen Zeitraum von 20.000 h (vergleichbar mit etwa 20 Jahre Außenanwendung unter mitteleuropäischen Klimaverhältnissen) ohne Delamination übersteht. Der SV-Wert der Basisfolie beträgt nach der Herstellung mehr als 700, bevorzugt mehr als 650, um auch nach längerer Anwendung als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen noch ausreichende mechanische Festigkeit aufzuweisen.

[0020] Für ein gutes Wickel- und Verarbeitungsverhalten der Folie sollte die Mittenrauigkeit R_a der Folie > 20 , bevorzugt > 25 und besonders bevorzugt > 30 nm, betragen. Ferner darf die gewickelte beschichtete Folie bei höherer Temperatur und Luftfeuchtigkeit nicht mit angrenzenden Folienlagen verkleben, da eine Weiterverarbeitung der Folie hierdurch erschwert oder sogar unmöglich wird. Diese Eigenschaft wird im Folgenden als „Filmblocking“ bezeichnet und durch die Kraft beschrieben, die notwendig ist, um Folienlagen nach Lagerung unter definierten Klimabedingungen voneinander zu trennen. Bei der erfindungsgemäß beschichteten Folie sind hierfür nach 20 h bei 40°C/80% rel. Luftfeuchtigkeit Kräfte von weniger als 50 g notwendig.

[0021] Ein niedriger Gelbwert trotz Einsatz von Eigenregenerat bedeutet, dass sich der Gelbwert der Polyesterfolie bei Einsatz von bis zu 50% Regenerat, welches aus der erfindungsgemäß beschichteten Folie hergestellt wurde, kleiner als 80, bevorzugt kleiner als 70, ist.

Beschreibung der erfindungsgemäßen EVA-Haftbeschichtung

[0022] Die erfindungsgemäße weiße, nichttransparente Polyesterfolie trägt auf mindestens einer Seite eine EVA-Haftbeschichtung, die mindestens folgende Komponenten enthält:

- 1.) ein Polyurethan,
- 2.) einen Vernetzer.

[0023] Im Folgenden werden erfindungsgemäß geeignete Polyurethane und Vernetzer genauer beschrieben.

[0024] Wässrige Polyurethandispersionen, die sich zur Verwendung in der erfindungsgemäßen Beschichtungszubereitung eignen, können durch Reaktion von Polyhydroxyverbindungen (im Folgenden auch „Polyol“ genannt) und Polyisocyanaten hergestellt werden. Beispiele für Polyhydroxyverbindungen sind Polyesterpolyole, Polycarbonatpolyole und Polyoxyalkylenpolyole.

[0025] Unter Polyesterpolyol sind solche Verbindungen zu verstehen, die durch Polykondensation von mindestens einem niedermolekularem Diol, ausgewählt aus der Gruppe Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, 1,2-Propylenglykol, 1,3-Butylenglykol, 1,5-Pentandiol, 1,4-Butylenglykol, 1,6-Hexandiol, Dipropylenglykol, Tripropylenglykol, Neopentylglykol, Cyclohexandiol und Cyclohexandimethanol, mit mindestens einer Polycarbonsäure wie z. B. Malonsäure, Maleinsäure, Succinsäure, Adipinsäure, Azelainsäure, Weinsäure, Pimelinsäure, Sebacinsäure, Oxalsäure, Terephthalsäure, Isophthalsäure, Fumarsäure, Dimersäure, Trimellitsäure oder Derivaten der genannten Polycarbonsäuren entstehen, oder aber solche, die durch ringöffnende Polymerisation von cyclischen Verbindungen wie eta-Caprolactam herstellbar sind.

[0026] Polycarbonatpolyole sind Verbindungen, die durch Reaktion von mindestens einem Diol wie z. B. Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 1,6-Hexandiol, 1,9-Nonandiol, 1,8-Nonandiol, Neopentylglykol, Diethylenglykol, Dipropylenglykol, 1,4-Cyclohexandiol oder Eisphenol A mit mindestens einem Carbonat wie z. B. Dimethylcarbonat, Diphenylcarbonat, Ethylencarbonat oder Phosgen entstehen.

[0027] Polyoxyalkylenpolyole entstehen u. a. durch ringöffnende Polymerisation von mindestens einem cyclischen Ether wie z. B. Oxetan, Tetrahydrofuran oder Tetrahydropyran mit einem niedermolekularen Diol wie z. B. Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, 1,2-Propylenglykol, 1,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, Dipropylenglykol, Tripropylenglykol oder Neopentylglykol als Initiator. Von diesen Polyoxyalkylenpolyolen sind solche Verbindungen bevorzugt, deren Alkylengruppe 2 bis 7 Kohlenstoffatome und besonders bevorzugt 3 bis 6 Kohlenstoffatome enthält.

[0028] Als Polyisocyanate eignen sich u. a. aromatische Diisocyanate, aromatisch-aliphatische Diisocyanate, aliphatische Diisocyanate, alicyclische Diisocyanate sowie deren Derivate oder Modifikationen.

[0029] Beispiele für aromatische Diisocyanate sind u. a. m-Phenylendiisocyanat, p-Phenylendiisocyanat, 4,4'-Diphenylendiisocyanat, 1,5-Naphthalendiisocyanat, 4,4'-Diphenylmethandiisocyanat, 2,4- oder 2,6-Toluoldiisocyanat, 4,4'-Toluidindiisocyanat oder 4,4'-Diphenyletherdiisocyanat.

[0030] Beispiele für aromatisch-aliphatische Diisocyanate sind u. a. 1,3- oder 1,4-Xyloldiisocyanate und Mischungen dieser Komponenten.

[0031] Als aliphatische Diisocyanate eignen sich beispielsweise Trimethylendiisocyanat, Tetramethylendiisocyanat, Hexamethylendiisocyanat, Pentamethylendiisocyanat, 1,2-Propylendiisocyanat, 1,2-Butylendiisocya-

nat, 2,3-Butylendiisocyanat, 1,3-Butylendiisocyanat, 2,4,4- oder 2,2,4-Trimethylhexamethylendiisocyanat oder 2,6-Diisocyanatomethylcaproat.

[0032] Beispiele für alicyclische Diisocyanate sind u. a. 1,3-Cyclopentandiisocyanat, 1,3-Cyclohexandiisocyanat, 1,4-Cyclohexandiisocyanat, 3-Isocyanatomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylisocyanat (Isophorondiisocyanat), 4,4'-Methylen-bis(cyclohexylisocyanat), Methyl-2,4-cyclohexandiisocyanat, Methyl-2,6-cyclohexandiisocyanat, 1,4-Bis(isocyanatomethyl)cyclohexan, 1,3-Bis(isocyanatomethyl)cyclohexan oder 2,5- bzw. 2,6-Bis(isocyanatomethyl)bicyclo[2.2.1]heptan.

[0033] Beispiele für Derivate von Polyisocyanaten sind Dimere, Trimere, Biuretverbindungen, Allophanate, Carbodiimide und Harnstoffverbindungen der oben genannten Polyisocyanate.

[0034] Beispiele für Modifikationen von Polyisocyanaten sind Isocyanat-terminierte oligomere bzw. polymere Verbindungen, die aus den oben genannten Polyolen und einem stöchiometrischen Überschuss an den oben erwähnten Polyisocyanaten bzw. deren Derivaten entstehen. Diese modifizierten Polyisocyanate können sowohl alleine wie auch in Kombination mit weiteren Polyisocyanaten verwendet werden.

[0035] Die grundsätzliche Herstellung von Polyurethanen ist Stand der Technik und beispielsweise beschrieben bei G. Oertel, „Polyurethan Handbook“, 2. Ausgabe, Carl Hanser Verlag, 1994.

[0036] Üblicherweise werden bei der Herstellung von Polyurethanen zunächst Präpolymere mit endständigen Isocyanatgruppen durch Reaktion von Polyolen mit einem stöchiometrischen Überschuss an Polyisocyanat synthetisiert (ggf. unter Zusatz von Katalysatoren), die in einem Folgeschritt mit weiterem Polyol, Mono-, Di-Tri- oder höherwertigen Aminen kettenverlängert werden.

[0037] Zur Verbesserung der Verträglichkeit mit Wasser und damit der Dispergierbarkeit werden oftmals ionische Gruppen in das Polyurethan eingebaut, z. B. anionische Gruppen wie Carboxylate, Sulfonate oder Schwefelsäurehalbester oder kationische Gruppen wie quarternäre Ammoniumgruppen. Von diesen funktionellen Gruppen sind anionische Gruppen und insbesondere Carboxylgruppen und Sulfonsäuregruppen bevorzugt.

[0038] Ionische Gruppen können hierbei durch Wahl entsprechend modifizierter Edukte zur Herstellung des Präpolymers oder entsprechend modifizierter Kettenverlängerer in das Polyurethan eingeführt werden. Typische Kettenverlängerer mit Carboxylfunktionalität sind beispielsweise Dimethylolpropionsäure, Dimethylolbuttersäure, Dimethylolvaleriansäure oder Trimellitsäure-bis(ethylenglykol)ester. Als Kettenverlängerer mit Carboxylfunktion können weiterhin z. B. Glycin, beta-Alanin, 6-Aminocapronsäure, 4-Aminobenzoesäure, 3,4-Diaminobenzoesäure oder Lysin dienen. Diolsulfonsäuren, Amin- oder Diaminsulfonsäuren (z. B. Sulfanilsäure, Naphthylaminsulfonsäure, 4,4'-Diaminodiphenyl-disulfonsäure, 2,2'- oder 4,4'-Diaminodiphenylethersulfonsäure-2) als Kettenverlängerer führen dagegen zu Polyurethanen mit Sulfonatfunktionalitäten.

[0039] Bevorzugt liegen die anionischen Gruppen in der fertigen Polyurethandispersion in Form ihrer Salze vor, die durch Neutralisation mit einer Base bereits während der Herstellung des Präpolymeren und/oder während der Herstellung der wässrigen Dispersion aus dem kettenverlängerten Polyurethan entstehen. Zur Neutralisation können sowohl organische Basen (z. B. Triethylamin, Triethylammoniumhydroxid) wie auch anorganische Basen (z. B. Ammoniumhydroxid, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid) dienen. Bevorzugt werden anorganische Basen und insbesondere Ammoniumhydroxid zur Neutralisation eingesetzt.

[0040] Die Kettenverlängerung führt üblicherweise zu einem starken Anstieg der Viskosität, so dass sich die entstehenden Polyurethane kaum mehr in Wasser dispergieren lassen. Gebräuchlich sind u. a. 2 Methoden, um dieses Problem zu umgehen:

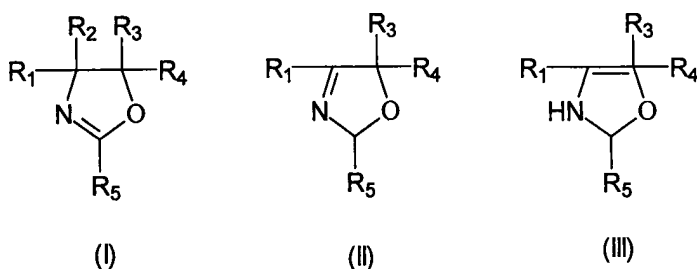
- a) Das Präpolymer wird in Wasser und Kettenverlängerer unter hohen Scherkräften dispergiert, und die Kettenverlängerung findet in der wässrigen Phase, jedoch in den dispergierten Teilchen statt. Zur Senkung der Viskosität des Präpolymers wird entweder bei erhöhter Temperatur oder unter Zusatz von organischen Lösungsmitteln (z. B. N-Methylpyrrolidon, Dimethylacetamid, Butyldiglykol) gearbeitet, die allerdings in der fertigen Dispersion verbleiben.
- b) Das vollständige Polyurethan wird in einem mit Wasser mischbaren niedrigsiedenden organischen Lösungsmittel (z. B. Aceton) synthetisiert. Die Lösung wird in Wasser dispergiert und das Lösungsmittel anschließend durch Destillation entfernt. Vorteil dieser Methode ist, dass das entstehende Polyurethan lösungsmittelfrei ist, jedoch sind die Herstellungskosten höher als bei Methode a).

[0041] Bevorzugt für die Herstellung der erfindungsgemäßen Beschichtungszubereitung sind wässrige Polyurethandispersionen, hergestellt aus aliphatischen Polyoxyalkylenpolyolen oder aliphatischen Polycarbonatpolyolen und Polysisocyanaten.

[0042] Als Vernetzer für die erfindungsgemäße Beschichtung dient mindestens eine mit Wasser mischbare oder in Wasser dispergierbare Komponente, welche reaktive Gruppen trägt, die Vernetzungsreaktionen eingehen können, beispielsweise Polymere mit Oxazolingruppen, Carbodiimidgruppen, Epoxygruppen, Isocyanatgruppen oder Melamin. Von diesen sind insbesondere Polymere mit Oxazolin- oder Carbodiimidgruppen bevorzugt.

[0043] Oxazolingruppen enthaltende Polymere sind makromolekulare Verbindungen, die durch Additionspolymerisation von

- a) Oxazolinderivaten gemäß den Strukturformeln (I) bis (III) und
- b) mindestens einem weiteren Comonomeren entstehen.



[0044] In den oben abgebildeten Strukturformeln (I) bis (III) können die Reste R_1 , R_2 , R_3 , und R_4 jeweils unabhängig voneinander Wasserstoffatome, Halogenatome, Alkylgruppen, Aralkylgruppen, Phenyl- oder substituierte Phenylgruppen repräsentieren. Bei R_5 handelt es sich um einen nicht-cyclischen Rest, der eine polymerisierbare Doppelbindung enthält.

[0045] Beispiele für Halogenatome sind Fluor, Chlor, Brom und Iod, wobei Chlor und Brom bevorzugt sind. Beispiele für Alkylgruppen sind Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, Isobutyl-, Pentyl- und Hexylgruppen. Unter Aralkylgruppen sind solche Reste zu verstehen, die Alkylgruppen mit einer Kettenlänge von 1 bis 5 Kohlenstoffatomen enthalten, z. B. Benzyl-, Phenethyl-, Benzhydryl- und Naphthylmethylgruppen. Substituierte Phenylgruppen können beispielsweise Chlorphenyl-, Bromphenyl-, Methoxyphenyl-, Ethoxyphenyl-, Methylaminophenyl-, Ethylaminophenyl-, Dimethylaminophenyl-, Methylethylaminophenyl und Diethylaminophenyl sein. Beispiele für nicht-cyclische Reste mit polymerisierbaren Doppelbindungen sind Vinyl- und Isopropenylgruppen.

[0046] Beispiele für Oxazolinderivate a) beinhalten 2-Vinyl-2-oxazolin, 2-Vinyl-4-methyl-2-oxazolin, 2-Vinyl-5-methyl-2-oxazolin, 2-Isopropenyl-2-oxazolin, 2-Isopropenyl-4-methyl-2-oxazolin und 2-Isopropenyl-5-ethyl-2-oxazolin. Zur Herstellung von Oxazolingruppen tragenden Polymeren können die Oxazolinderivate a) sowohl einzeln als auch in Kombination von 2 oder mehreren der genannten Verbindungen eingesetzt werden. Von den genannten Oxazolinderivaten ist 2-Isopropenyl-2-oxazolin besonders bevorzugt.

[0047] Als Comonomer b) können prinzipiell alle Verbindungen dienen, die mit Oxazolinderivaten a) copolymerisierbar sind. Beispiele für Comonomere b) sind Methacrylsäureester wie Methylmethacrylat, Butylmethacrylat und 2-Ethylhexylmethacrylat, ungesättigte Carbonsäuren wie Methacrylsäure, Itaconsäure und Malonsäure, ungesättigte Nitrile wie Methacrylnitril, ungesättigte Amide wie Methacrylamid und N-Methylolmethacrylamid, Vinylester wie Vinylacetat und Vinylpropionat, Vinylether wie Methylvinylether, Ethylvinylether, alpha-Olefine wie Ethen, Propen, halogenierte alpha, beta-ungesättigte Verbindungen wie Vinylchlorid, Vinylidenchlorid und Vinylfluorid sowie alpha, beta-ungesättigte aromatische Verbindungen wie Styrol und alpha-Methylstyrol. Die genannten Comonomere b) können sowohl einzeln als auch in Kombination von 2 oder mehreren Verbindungen eingesetzt werden.

[0048] Das Oxazolingruppen enthaltende Polymer kann beispielsweise dadurch hergestellt werden, dass man ein Oxazolinderivat a), mindestens ein Comonomer b) und einen Radikalinitiator wie z. B. Benzoylperoxid oder Azoisobutyronitril in ein geeignetes mit Wasser mischbares organisches Lösungsmittel gibt und die entstehende Lösung erwärmt. Nach Beendigung der Polymerisation kann Wasser zugegeben werden und das organische Lösungsmittel ganz oder teilweise durch Destillation entfernt werden, wobei eine wässrige Oxazolingruppen enthaltende Polymerdispersion zurückbleibt, die sich direkt zur Herstellung der erfindungsgemäßen

Beschichtungslösung eignet.

[0049] Alternativ kann (können) Oxazolinderivat(e) a) und Comonomer(e) b) auch anionisch, z. B. mit n-Butyllithium, polymerisiert werden.

[0050] Der Gehalt an Oxazolingruppen im getrockneten Polymer beträgt üblicherweise 0,5 bis 10 mmol/g, bevorzugt 1,5 bis 8 mmol/g. Der Glaspunkt des getrockneten Polymers ist im Bereich zwischen 0 und 100°C, bevorzugt 20 bis 95°C.

[0051] Geeignete wässrige Oxazolingruppen enthaltende Polymerdispersionen sind unter dem Namen „Epocros“[®] von der Firma Nippon Shokubai (Japan) kommerziell erhältlich. Besonders geeignet für die erfindungsgemäße Beschichtungslösung sind hierbei wasserlösliche, lösungsmittelfreie Produkte der Reihe „Epocros WS“ des oben genannten Herstellers.

[0052] Carbodiimidgruppen enthaltende Polymere sind makromolekulare Verbindungen, die mindestens 2 Carbodiimidgruppen pro Molekül tragen und die durch Polykondensation von Diisocyanaten in Gegenwart von Katalysatoren hergestellt werden können. Entsprechende Verfahren sind Stand der Technik und sind u. a. in der EP-A-0 878 496 beschrieben. Als Ausgangsmaterialien zur Herstellung von Carbodiimidgruppen enthaltenden Polymeren eignen sich aromatische, aliphatische und alicyclische Diisocyanaten, z. B. Toluoldiisocyanat, Xyloldiisocyanat, Diphenylmethandiisocyanat, Hexamethylendiisocyanat, Cyclohexandiisocyanat, Isophorondiisocyanat und Dicyclohexyldiisocyanat. Carbodiimidgruppen enthaltende Polymere können außerdem Tenside, Polyalkylenoxide oder hydrophile Monomere wie z. B. quarternäre Ammoniumsalze, Dialkylaminoalkohole und Hydroxyalkylsulfonsäure enthalten, um die Löslichkeit bzw. Dispergierbarkeit zu verbessern.

[0053] Epoxygruppen enthaltende Polymere sind beispielsweise Bisphenol-Epichlorhydrinbasierte Polymere, cycloaliphatische polymere Epoxide, Epoxyverbindungen basierend auf Novolak, Epoxy-Olefin-Polymere, Epoxyverbindungen basierend auf Polyol-Glycidyl-Verbindungen und Epoxysilan-Polymere. Geeignet sind insbesondere Polyethylenglykoldiglycidylether, Polypropylenglykoldiglycidylether, Neopentylglykoldiglycidylether, 1,6-Hexanglykoldiglycidylether, Glycerolpolyglycidylether, Trimethylolpropanpolyglycidylether, Sorbitolpolyglycidylether und Bisphenol A-Diglycidylether.

[0054] Bei Isocyanatgruppen enthaltenden Polymeren handelt es sich um Polyisocyanate wie z. B. 2,4-Toluoldiisocyanat, 2,6-Toluoldiisocyanat, m-Phenylendiisocyanat, p-Phenylendiisocyanat, 4,4'-Diphenylmethandiisocyanat, 2,4'-Diphenylmethandiisocyanat, 2,2'-Diphenylmethandiisocyanat, 3,3'-Dimethyl-4,4'-biphenylendiisocyanat, 3,3'-Dimethoxy-4,4'-biphenylendiisocyanat, 3,3'-Dichloro-4,4'-biphenylendiisocyanat, 1,5-Naphthalindiisocyanat, 1,5-Tetrahydronaphthalindiisocyanat, Tetramethylendiisocyanat, 1,6-Hexamethylendiisocyanat, Dodecamethylendiisocyanat, Trimethylhexamethylendiisocyanat, 1,3-Cyclohexylendiisocyanat, 1,4-Cyclohexylendiisocyanat, Xyloldiisocyanat, Tetramethylxylylendiisocyanat, hydrogeniertes Xyloldiisocyanat, Lysindiisocyanat, Isophorondiisocyanat, 4,4'-dicyclohexyldiisocyanat, 3,3-Dimethyl-4,4'-dicyclohexylmethandiisocyanat, Tetramethylxyloldiisocyanat sowie Polymere mit Isocyanat-Endgruppen aus der Reaktion der o. g. Verbindungen mit einem trifunktionellen Polyisocyanat vom Isocyanurat- oder Biuret-Typ oder einem Di- oder höherwertigen Polyol.

[0055] Unter Melamin sind Verbindungen zu verstehen, die durch die Reaktion von Methylolmelaminderivaten, zugänglich durch Kondensation von Melamin und Formaldehyd, mit niedrigen Alkoholen wie z. B. Methanol, Ethanol und Isopropanol (bzw. Mischungen dieser Alkohole) hergestellt werden können. Beispiele für Methylolmelaminderivate sind Monomethylolmelamine, Dimethylolmelamine, Trimethylolmelamine, Tetramethylolmelamine, Pentamethylolmelamine und Hexamethylolmelamine.

[0056] Die erfindungsgemäße Beschichtungszusammensetzung kann optional organische Lösungsmittel in einer Konzentration von weniger als 10 Gew.-%, bevorzugt weniger als 5 Gew.-%, enthalten.

[0057] Die Beschichtungszusammensetzung kann zur weiteren Verbesserung der Eigenschaften zusätzliche Polymere enthalten, die bevorzugt in Form einer wässrigen Lösung oder Dispersion zugesetzt werden. Die Konzentration dieser Polymere in der fertigen Beschichtungszusammensetzung beträgt weniger als 50 Gew.-% und bevorzugt weniger als 30 Gew.-%. Geeignete Polymere sind beispielsweise Polyester, Acrylate, Methacrylate, Polyvinylpyrrolidon oder Kondensationsprodukte aus Alkoxysilanen.

[0058] Optional kann die Beschichtung Antiblockmittel enthalten. Übliche Antiblockmittel sind anorganische und/oder organische Partikel, beispielsweise Siliciumdioxid, Calciumcarbonat, Aluminiumoxid, Aluminiumsili-

kate, Kaolin oder vernetzte Polystyrol- oder Acrylat-Partikel. Bevorzugt wird poröses Siliciumdioxid wie amorphe Kieselsäure.

[0059] Die Beschichtungszubereitung kann darüber hinaus weitere Additive enthalten wie beispielsweise Tenside, Antistatika, Antioxidantien und/oder Schaumregulierer.

[0060] Damit besteht die Beschichtungszusammensetzung bevorzugt nur aus Wasser und den Komponenten Polyurethan und Vernetzer. „Bestehen“ bedeutet hier, dass die Zusammensetzung zu mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt mindestens 65 Gew.-% und besonders bevorzugt mindestens 75 Gew.-%, aus den vorgenannten Substanzen besteht.

[0061] Nach dem Beschichtungsprozess besteht die Beschichtung aus dem getrockneten Rückstand (Trocknungsprodukt) der Beschichtungszusammensetzung, die dann ebenso bevorzugt nur aus dem Trocknungsprodukt der Komponenten Polyurethan und Vernetzer sowie ggf. Antiblockmitteln, weiteren Polymeren und/oder Additiven besteht.

[0062] In einer besonders ausgezeichneten Ausführungsform besteht die erfindungsgemäße getrocknete Beschichtung lediglich aus dem Reaktionsprodukt eines Polyurethans und eines Oxazolingruppen enthaltende Polymeren.

[0063] Die Beschichtung kann ein- oder beidseitig auf die Polyesterfolie aufgebracht werden. Es ist aber auch möglich, nur eine Seite der Folie mit der erfindungsgemäßen Beschichtung zu versehen und auf die Gegenseite eine andere Beschichtung aufzubringen.

[0064] Die erfindungsgemäße Beschichtungszubereitung kann verwendet werden, um orientierte Polyesterfolie in-line zu beschichten. „In-line“ bedeutet, dass die Beschichtung während des Folienherstellprozesses vor der Längs- und/oder Querstreckung aufgebracht wird.

[0065] Optional kann die Folie vor dem Beschichten coronabehandelt werden, um die Benetzung der Folie mit der wässrigen Beschichtungsdispersion zu verbessern.

[0066] Die Beschichtung kann mit einem gängigen geeigneten Verfahren wie mit einem Schlitzgießer oder einem Sprühverfahren aufgetragen werden. Besonders bevorzugt ist die Aufbringung der Beschichtung mittels des „Reverse gravure roll coating“-Verfahrens, bei dem sich die Beschichtung äußerst homogen auftragen lässt. Ebenfalls bevorzugt ist die Auftragung durch das Meyer-Rod-Verfahren, mit dem sich einfacher größere Beschichtungsstärken erzielen lassen.

[0067] Die getrocknete Beschichtung auf der fertigen Folie weist eine Dicke von 5 bis 500 nm, bevorzugt 10 bis 250 nm, auf.

[0068] Die Beschichtungskomponenten können während der Trocknung und Verstreckung der Polyesterfolie und besonders bei der anschließenden Wärmebehandlung, die bis zu 250°C erreichen kann, miteinander und/oder mit dem Polyester der Folienoberfläche reagieren und/oder in die Struktur der Polyesterfolienoberfläche hineindiffundieren.

[0069] Die Beschichtung liefert speziell auf biaxial orientierten Polyesterfolien sehr gute dauerhafte Hafteigenschaften zu EVA, selbst bei höherer Temperatur und bei Anwesenheit von Feuchtigkeit.

[0070] Es war äußerst überraschend, dass die beschriebenen erfindungsgemäßen Beschichtungen aus mindestens einem Polyurethan und einem Vernetzer ausgezeichnete Hafteigenschaften sowohl zu Standard-Cure- wie auch Fast-Cure-EVA-Typen über lange Zeiträume, selbst bei höherer Temperatur und bei Gegenwart von Feuchtigkeit, haben. Mehr als überraschend war ferner, dass insbesondere solche Beschichtungen, deren über Nanoindentation gemessene Härte besonders hoch war, ebenfalls einen besonders guten Erhalt der Hafteigenschaften zu EVA bei höherer Temperatur und bei Gegenwart von Feuchtigkeit zeigen.

Beschreibung der erfindungsgemäßen weißen, nichttransparenten Basisfolie

[0071] Die Polyesterfolie, auf die Beschichtung aufgebracht wird, kann sowohl einschichtig aufgebaut sein, zweischichtig aus einer Basisschicht (B) und einer Deckschicht (A) als auch dreischichtig aus einer Basisschicht (B) und zwei Deckschichten (A' bzw. C). Im Falle eines mehrschichtigen Aufbaus der Polyesterfolie liegt

die Dicke der Deckschicht(en) (A, A' bzw. C) im Bereich von 0,1 bis 10 µm, bevorzugt 0,2 bis 5 µm. Die Dicke der Basisschicht ergibt sich entsprechend aus der Differenz von Gesamtdicke der Folie und der Dicke der aufgetragenen Deckschichten.

[0072] Die Gesamtdicke der Polyesterfolie liegt üblicherweise im Bereich von 5 bis 750 µm, vorzugsweise von 10 bis 500 µm.

[0073] Die erfindungsgemäße Folie enthält als Hauptbestandteil einen thermoplastischen Polyester. Solche Polyester sind im „Handbook of Thermoplastic Polyesters, Ed. S. Fakirov, Wiley-VCH, 2002“ genannt. Beispiele sind Polyester aus Ethyleneglykol und Terephthalsäure (Polyethylenterephthalat, PET), aus Ethyleneglykol und Naphthalin-2,6-dicarbonsäure (Polyethylen-2,6-naphthalat, PEN) sowie aus 1,4-Bis-hydroxymethylcyclohexan und Terephthalsäure (Poly(1,4-cyclohexandimethylen-terephthalat), PCDT). Erfindungsgemäß versteht man unter Polyester Homopolyester, Copolyester, Elends verschiedener Polyester, Regenerat und andere Variationen von Polyestern.

[0074] Zur Erzielung der vorgenannten Eigenschaften, insbesondere der niedrigen Transparenz und des gewünschten Weißgrades der Folie, werden geeignete Pigmente in die Polyesterfolie eingearbeitet. Im Falle eines mehrschichtigen Aufbaus kann mindestens die Basisschicht, eventuell aber auch die Deckschichten (A, A' bzw. C) mit Pigmenten ausgerüstet werden. Hierbei hat es sich als günstig erwiesen, Titandioxid, Calciumcarbonat, Bariumsulfat, Zinksulfid oder Zinkoxid in einer geeigneten Größe und einer geeigneten Konzentration zu verwenden. Die Pigmente können sowohl alleine wie auch in Kombination von zwei oder mehreren der genannten Pigmente verwendet werden. Bevorzugt werden Titandioxid oder Bariumsulfat oder aber Mischungen von Titandioxid und Bariumsulfat eingesetzt.

[0075] Das Titandioxid kann sowohl vom Rutil- als auch vom Anatas-Typ sein. Die mittlere Korngröße des Titandioxids liegt zwischen 0,05 und 0,5 µm, bevorzugt zwischen 0,1 und 0,3 µm. Das Calciumcarbonat hat eine mittlere Korngröße zwischen 0,1 und 2,5 µm, bevorzugt ist jedoch eine mittlere Korngröße von 0,2 bis 2,0 µm. Das Bariumsulfat weist eine mittlere Korngröße von 0,3 bis 0,9 µm, vorzugsweise von 0,4 bis 0,7 µm auf. Die Folie erhält durch die eingearbeiteten Pigmente ein brillantes weißes Aussehen. Um zu dem gewünschten Weißgrad (> 70) und zu der gewünschten niedrigen Transparenz (< 40%) zu gelangen, muss die Folie (im Falle eines mehrschichtigen Aufbaus mindestens die Basisschicht und eventuell auch die Deckschichten) mit Pigmenten hochgefüllt sein. Die Partikelkonzentration zur Erzielung der gewünschten niedrigen Transparenz liegt bei ≥ 3 Gew.-%, jedoch ≤ 50 Gew.-%, vorzugsweise bei ≥ 4 Gew.-%, jedoch ≤ 40 Gew.-% und besonders bevorzugt ≥ 5 Gew.-%, jedoch ≤ 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Folie.

[0076] Zu einer weiteren Steigerung des Weißgrades können optional geeignete optische Aufheller der pigmentierten Folie (bei einem mehrschichtigen Aufbau vorzugsweise den pigmentierten Schichten) zugesetzt werden. Geeignete optische Aufheller sind beispielsweise Hostalux® KS (Fa. Clariant, Deutschland) oder Eastobright® OB-1 (Fa. Eastman, USA).

[0077] Die erfindungsgemäße Folie kann in einer oder mehreren Schichten weitere Partikel als Antiblockmittel enthalten. Typische Antiblockmittel sind anorganische und/oder organische Partikel, beispielsweise Siliciumdioxid (gefällt oder pyrogen), Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat, Bariumcarbonat, Calciumsulfat, Lithiumphosphat, Calciumphosphat, Magnesiumphosphat, Kaolin (hydratisiert oder calciniert), Aluminiumoxid, Aluminiumsilikate, Lithiumfluorid, Calcium-, Barium-, Zink- oder Mangansalze der eingesetzten Dicarbonsäuren oder vernetzte Polymerpartikel, z. B. Polystyrol oder Polymethylmethacrylatpartikel.

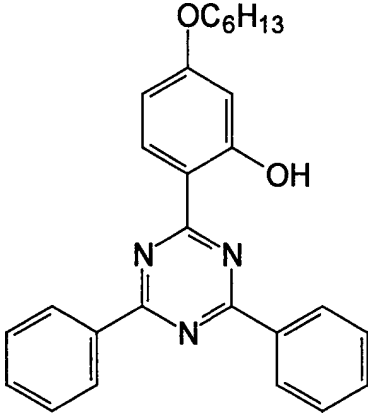
[0078] Daneben können auch Mischungen von zwei oder mehreren Partikelsystemen oder Mischungen von Partikelsystemen mit gleicher chemischer Zusammensetzung, aber unterschiedlicher Partikelgröße als Antiblockmittel gewählt werden.

[0079] Sofern in einer Schicht der Folie Partikel als Antiblockmittel enthalten sind, beträgt die Gesamtkonzentration dieser Partikel weniger als 20 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der ausgerüsteten Schicht, bevorzugt weniger als 15 Gew.-% und besonders bevorzugt weniger als 5 Gew.-%. Die Partikel haben eine mittlere Größe von 0,01 bis 15 µm, bevorzugt 0,03 bis 10 µm und besonders bevorzugt 0,05 bis 5 µm.

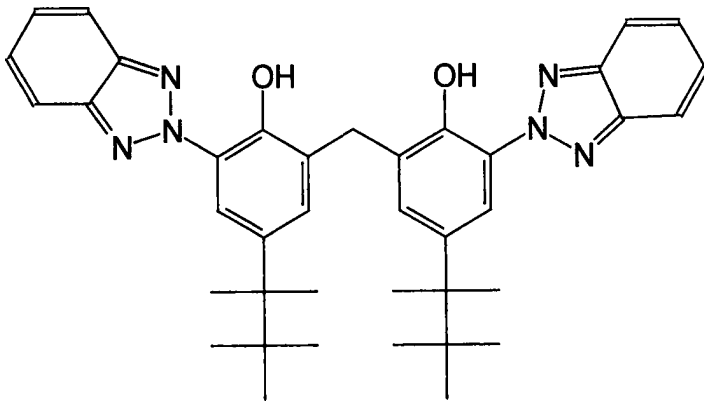
[0080] Die erfindungsgemäße Folie kann weitere Additive wie UV-Stabilisatoren, Flammschutzmittel, Hydrolysestabilisatoren und Antioxidantien enthalten.

[0081] UV-Stabilisatoren, d. h. UV-Absorber als Lichtschutzmittel, sind chemische Verbindungen, die in die

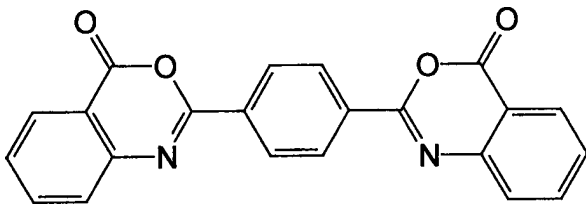
physikalischen und chemischen Prozesse des lichtinduzierten Polymerabbaus eingreifen können. Geeignete UV-Stabilisatoren sind beispielsweise 2-Hydroxybenzophenone, 2-Hydroxybenzotriazole, nickelorganische Verbindungen, Salicylsäureester, Zimtsäureester-Derivate, Resorcinmonobenzoate, Oxalsäureanilide, Hydroxybenzoesäureester, Benzoxazinone, sterisch gehinderte Amine und Triazine, wobei die 2-Hydroxybenzotriazole, die Benzoxazinone und die Triazine bevorzugt sind. In einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße Folie als UV-Stabilisator 0,1 bis 5,0 Gew.-% 2-(4,6-Diphenyl[1,3,5]triazin-2-yl)-5-hexyloxyphenol der Formel



oder 0,1 bis 5,0 Gew.-% 2,2'-Methylen-bis-[6-benzotriazol-2-yl]-4-(1,1,2,2-tetramethyl-propyl)-Phenol der Formel



oder 0,1 bis 5,0 Gew.-% 2,2'-(1,4-Phenylen)-bis-([3,1]benzoxazin-4-on) der Formel

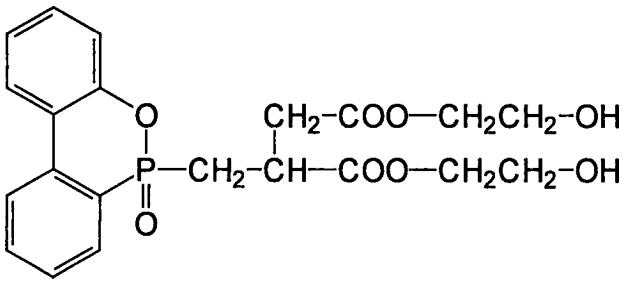


[0082] In einer weiteren Ausführungsform können auch Mischungen dieser UV-Stabilisatoren oder Mischungen von mindestens einem dieser UV-Stabilisatoren mit anderen UV-Stabilisatoren eingesetzt werden, wobei die Gesamtkonzentration an Lichtschutzmittel vorzugsweise zwischen 0,1 und 5,0 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 0,5 und 3,0 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Folie liegt.

[0083] In einer weiteren Ausführungsform ist die erfindungsgemäße Folie flammhemmend ausgerüstet. Flammhemmend bedeutet, dass die Folie in einer so genannten Brandschutzprüfung gemäß UL94 VTM mindestens die Klasse VTM-2 erreicht.

[0084] Die Folie enthält demgemäß in einer oder mehreren Schichten ein Flammenschutzmittel in einer Konzentration im Bereich von 0,2 bis 30 Gew.-%, bevorzugt von 1,0 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der ausgerüsteten Schicht. Geeignete Flammenschutzmittel sind beispielsweise organische Phosphorverbindungen wie Carboxyphosphinsäuren, deren Anhydride und Methanphosphonsäuredimethylester. Sehr geeignet sind hierbei Flammenschutzmittel, bei denen die Phosphorverbindung chemisch an den Polyester gebunden ist,

beispielsweise [(6-oxido-6H-dibenz[c,e][1,2]oxaphosphorin-6-yl)methyl]butandicarbonsäure-bis-(2-hydroxyethyl)ester mit der Formel



[0085] Da die Flammschutzmittel im allgemeinen eine gewisse Hydrolyseempfindlichkeit aufweisen, kann der zusätzliche Einsatz eines Hydrolysestabilisators sinnvoll sein. Geeignete Hydrolysestabilisatoren sind hierbei beispielsweise polymere Carbodiimide wie z. B. Stabaxol® P von Fa. Rheinchemie (Deutschland).

[0086] Die Pigmente für die Erzielung des gewünschten Weißgrades und der niedrigen Transparenz der Folie, Antiblockmittel und Additive werden dem zur Folienherstellung verwendeten Polyester zweckmäßigerweise schon vor dem Aufschmelzen zugesetzt. Hierbei kann die Zugabe sowohl als glykolische Dispersion während der Herstellung des Polyesters als auch über Masterbatche bei der Extrusion im Herstellungsprozess der Folie erfolgen.

[0087] Weiterhin kann die Polyesterfolie im Falle eines mehrschichtigen Aufbaus siegelfähig oder peelfähig sein. Dies wird gewöhnlich durch Verwendung von Polyestern mit niedriger Glasübergangstemperatur oder von anderen siegelfähigen Polymeren in mindestens einer der Deckschichten erreicht.

[0088] Das Herstellungsverfahren für Polyesterfolien wird z. B. beschrieben im „Handbook of Thermoplastic Polyesters, Ed. S. Fakirov, Wiley-VCH, 2002“ oder im Kapitel „Polyesters, Films“ in der „Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Vol. 12, John Wiley & Sons, 1988“. Bei dem bevorzugten Extrusionsverfahren zur Herstellung der Folie wird das aufgeschmolzene Polymermaterial ggf. mit den Additiven durch eine Schlitzdüse extrudiert und als weitgehend amorphe Vorfolie auf einer Kühlwalze abgeschreckt. Diese Folie wird anschließend erneut erhitzt und in mindestens einer Richtung – entweder in Maschinenrichtung (MD) oder in Querrichtung (TD) –, bevorzugt aber in Längs- und Querrichtung, verstreckt („orientiert“). Die Folientemperaturen im Streckprozess liegen im allgemeinen 10 bis 60°C über der Glasübergangstemperatur T_g des verwendeten Polyesters, das Streckverhältnis der Längsstreckung liegt üblicherweise bei 2,0 bis 6,0, insbesondere bei 3,0 bis 4,5, das der Querstreckung bei 2,0 bis 5,0, insbesondere 3,0 bis 4,5, und das der ggf. durchgeführten zweiten Längsstreckung bei 1,1 bis 5,0.

[0089] Die Längsstreckung kann auch gleichzeitig mit der Querstreckung (Simultanstreckung) oder in jeder denkbaren Sequenzfolge durchgeführt werden. Es folgt die Thermofixierung der Folie bei Ofentemperaturen von 180 bis 260°C, insbesondere von 220 bis 250°C. Anschließend wird die Folie abgekühlt und gewickelt.

[0090] Wesentlich für die erfindungsgemäße Basisfolie ist, dass der SV-Wert der Folie nach dem Herstellungsprozess mindestens 650, bevorzugt mindestens 700, beträgt, damit die Folie bei einer Verwendung als Rückseitenabdeckung in Solarmodulen über lange Zeit ausreichende mechanische Stabilität bewahrt. Der SV-Wert der Folie kann u. a. durch Wahl von geeigneten Polyesterrohstoffen mit ausreichend hohem SV-Wert sowie durch schonende Prozessbedingungen, die zu einem geringen SV-Wertabbau betragen (wie z. B. niedrige Scherungsbelastung während der Extrusion), beeinflusst werden.

[0091] Es war mehr als überraschend, dass durch die Kombination der erfindungsgemäßen Beschichtung mit der erfindungsgemäßen weißen, nichttransparenten Basisfolie Polyesterfolien entstehen, die sich – sowohl alleine als auch in Kombination mit weiteren Materialien in Form von Laminaten – hervorragend als Rückseitenabdeckung für Solarmodule eignen.

[0092] Die Tabelle 1 fasst die wichtigsten erfindungsgemäßen Eigenschaften der beschichteten Polyesterfolie noch einmal zusammen.

Beschreibung der verwendeten Messmethoden

[0093] Die beschichteten, weißen Polyesterfolien wurden mit den folgenden Messmethoden charakterisiert:

Haftung der Beschichtung zu EVA

[0094] Aus der beschichteten Polyesterfolie werden 2 Streifen mit 300 mm Länge und 25 mm Breite geschnitten. Ein Streifen EVA-Folie (Dicke 0,5 mm) mit einer Länge von 50 mm und einer Breite von 25 mm wird zwischen den beiden Polyesterfolienstreifen plaziert, wobei die beschichteten Seiten jeweils dem EVA zugewandt sind.

[0095] Polyesterfolien und EVA werden anschließend mittels eines Heißsiegelgerätes (Typ TP-701-B, Sangyo Co., Ltd., Japan) laminiert. Abhängig vom verwendeten EVA-Typ werden die folgenden Siegelbedingungen verwendet:

EVA		Temperatur [°C]	Druck [MPa]	Zeit [min]
Typ	Hersteller			
485.00 (Standard-Cure)	Etimex, Deutschland	150	0,13	20
486.00 (Fast-Cure)	Etimex, Deutschland	150	0,13	15

[0096] Zur Bestimmung der EVA-Haftung wird zunächst aus den 25 mm breiten Polyesterfolien/EVA-Laminaten Streifen mit einer Länge von 30 cm und einer Breite von 15 mm geschnitten. Die nicht laminierten Enden dieser 15 mm breiten Polyesterfolienstreifen werden in ein Zug-Dehnungs-Messgerät (EZ Graph®, Shimadzu, Japan) eingespannt. Anschließend wird die Kraft gemessen, die benötigt wird, um das Polyesterfolien/EVA-Laminat unter einem Winkel von 180° und mit einer Geschwindigkeit von 100 mm/min voneinander zu trennen. Bewertet wird hierbei die im Kraft/Weg-Diagramm auftretende gemittelte Kraft.

[0097] Temperatur- und Feuchtigkeitsbeständigkeit der Beschichtung Zur Bestimmung der Dauerbeständigkeit der PET/EVA/PET-Laminat bei erhöhter Temperatur und Feuchtigkeit werden, wie oben beschrieben, 25 mm breite Testmuster hergestellt und in Anlehnung an die Norm IEC61215 bei 85°C, 85% rel. Feuchtigkeit für 1.000 h in einem Klimaschrank (Typ Hiflex® FX210C, Fa. Kusumoto Chemicals, Etac Division, Japan) gelagert.

[0098] Anschließend werden, wie oben beschrieben, 15 mm breite Streifen aus den Laminaten geschnitten und die gemittelte Trennkraft bestimmt. Bewertet wird das Verhältnis R der gemittelten Trennkraft vor und nach der Behandlung im Klimaschrank:

Gemittelte Trennkraft nach 1.000 h im Klimaschrank

$$R = \frac{\text{Gemittelte Trennkraft nach 1.000 h im Klimaschrank}}{\text{Gemittelte Trennkraft nach 0 h im Klimaschrank}} \quad [\%]$$

Gemittelte Trennkraft nach 0 h im Klimaschrank

[0099] R-Werte von > 50% sprechen für eine ausgezeichnete Temperatur- und Feuchtigkeitsbeständigkeit der Beschichtung.

Eignungstest für Solarmodule

[0100] Eine 25 × 25 cm große Glasplatte (Typ Krystal Klear, Dicke 3 mm, Fa. AFG, USA) wird mit Isopropanol gereinigt. Dann wird eine gleich große EVA-Folie und die zu testende PET-Folie (mit der beschichteten Seite zum EVA) auf die Glasplatte gelegt. Der Verbund wird zunächst in einen evakuierbaren Wärmeschrank mit einer Temperatur von 150°C gegeben und der Druck auf 100 mbar reduziert (Dauer ca. 2 min). Nach weiteren 5 min wird der Verbund entnommen und anschließend in einer Heißpresse (Typ 10t, Fa. Gonno, Japan) laminiert. Abhängig vom verwendeten EVA werden hierfür folgende Bedingungen verwendet:

EVA		Temperatur [°C]	Druck [MPa]	Zeit [min]
Typ	Hersteller			
485.00 (Standard cure)	Etimex, Deutschland	150	0,5	20
486.00 (Fast cure)	Etimex, Deutschland	150	0,5	15

[0101] Die Witterungsbeständigkeit der Glas/EVA/PET-Laminat wird gemäß der Norm ISO4892 mit einem Westher-O-Meter (Typ C165, Fa. Atlas Material Testing Technology, USA) unter den folgenden Bedingungen geprüft :

Bewitterungszeit: 20.000 h

Intensität: 0,35 W/cm² bei 340 nm (Xenon-Strahler mit Borsilikatfilter)
 Testzyklus: 102 min Trockenphase, 18 min Sprühphase mit entionisiertem Wasser
 Black-Panel-Temperatur: 63°C

[0102] Die Polyesterfolie befindet sich hierbei auf der der Xenon-Lampe abgewandten Seite des Laminates. Das Laminat wird nach Beendigung der Bewitterung visuell hinsichtlich Delamination beurteilt.

Härte der Beschichtung

[0103] Die Härte der Beschichtung wird durch Nanoeindruck-Technik (Nanoindentation) gemessen. Diese Methode ermöglicht es, die Härte der Beschichtung unabhängig vom Substrat zu bestimmen. Verwendet wird eine Nanoeindruck-Einrichtung „TS70 TriboScope®“ (Fa. Hysitron, USA) mit einer „Berkovich“-Prüfspitze in Verbindung mit einem AFM-Mikroskop (Typ SPM-9500J2, Fa. Shimadzu, Japan). Die Messung wird bei Raumtemperatur und 50% rel. Luftfeuchtigkeit durchgeführt. Die Eindringtiefe der Prüfspitze wird auf 10 nm eingestellt.

Filmblocking

[0104] Zwei einseitig beschichtete 15 cm × 14 cm große Folienmuster werden für 2 h in einem Klimaschrank bei 40°C/80% rel. Luftfeuchtigkeit gelagert. Anschließend werden die Muster aufeinandergelegt (beschichtete Seite gegen unbeschichtete Seite) und im Klimaschrank unter den oben genannten Bedingungen mit einem 10 kg Gewicht (entsprechend 48 g/cm²) über einen Zeitraum von 20 h aneinander gepresst. Die Muster werden mit Hilfe eines Zug-Dehnungsmessgeräts (Typ Autograph AG-1, Shimadzu, Japan) mit einer Geschwindigkeit von 500 mm/min über einen straff gespannten 0,1 mm dicken Stahldraht gezogen und so voneinander getrennt. Die erforderliche mittlere Kraft in Gramm wird aus dem Kraft-Wege-Diagramm bestimmt. Je niedriger der Wert, desto besser ist das Filmblocking-Verhalten der beschichteten Folie (Werte < 50 g sind ausgezeichnet).

Beschichtungsqualität

[0105] Die Beurteilung der Beschichtungsqualität erfolgt visuell.

Gelbzahl

[0106] Die Gelbzahl der beschichteten Folie wird nach ASTM-D 1925-70 mittels eines Spektralphotometers Typ „Lamda 12“ der Fa. Perkin Elmer (USA), Normlichtart D65, 10°-Normalbeobachter, bestimmt. Aus den gemessenen Normfarbwerten X, Y, Z erfolgt die Berechnung der Gelbzahl gemäß der Gleichung

$$YID = [100 \cdot (1.28 \cdot X - 1.06 \cdot Z)] / Y$$

Transparenz

[0107] Die Transparenz wird nach ASTM-D1033-77 gemessen.

Weißgrad

[0108] Die Bestimmung des Weißgrades erfolgt nach Berger mit Hilfe des elektrischen Remissionsphotometers ELREPHO® der Fa. Zeiss (Deutschland), Normlichtart C, 2°-Normalbeobachter. Der Weißgrad wird definiert als

$$WG = RY + 3RZ - 3RX$$

SV-Wert (Standard Viskosität)

[0109] Die Standardviskosität SV (DCE) wird, angelehnt an DIN 53726, bei 25°C in Dichloressigsäure gemessen. Die intrinsische Viskosität (IV) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität

$$IV = [\eta] = 6,907 \cdot 10^{-4} SV(DCE) + 0,063096 \text{ [dl/g]}$$

Schrumpf

[0110] Der Schrumpf wird gemäß DIN40634 bei 150°C und 15 min Verweildauer gemessen.

Rauigkeit

[0111] Der arithmetische Mittenrauwert R_a wird nach DIN 4762 bestimmt (Cut-off 0,25 mm).

Glanz

[0112] Der Glanz wird nach DIN 67530 bestimmt. Gemessen wird der Reflektorwert als optische Kenngröße für die Oberfläche einer Folie. Angelehnt an die Normen ASTM-D 523-78 und ISO 2813 wird der Einstrahlwinkel mit 20° eingestellt. Ein Lichtstrahl trifft unter dem eingestellten Einstrahlwinkel auf die ebene Prüffläche und wird von dieser reflektiert bzw. gestreut. Die auf den fotoelektronischen Empfänger auffallenden Lichtstrahlen werden als proportionale elektrische Größe angezeigt. Der Messwert ist dimensionslos und muss mit dem Einstrahlwinkel angegeben werden.

[0113] Im Folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert. In Tabelle 2 sind die verwendeten Beschichtungsmaterialien aufgeführt, und Tabelle 3 gibt einen Überblick über die Beispiele und Vergleichsbeispiele. Folgende Polyethylenterephthalat-Rohstoffe wurden zur Folienherstellung eingesetzt:

- M80 (Invista, Deutschland) mit einem SV von 810 und 18 Gew.-% Bariumsulfat (Typ Blanc fixe® XR-HX, Sachtleben Chemie, Deutschland)
- M67 (Invista, Deutschland) mit einem SV von 810 und 7 Gew.-% Titandioxid (Typ Hombitan® LW-S-U, Anatasmodifikation, Sachtleben Chemie, Deutschland)

[0114] Die Ergebnisse der Charakterisierung der beschichteten Folienmuster sind in den Tabellen 4, 5 und 6 zusammengefasst.

Beispiel 1

[0115] Aus Polyesterrohstoff M80 wurde eine Schmelze hergestellt und diese durch eine Breitschlitzdüse auf eine auf etwa 20°C gehaltene Gießwalze extrudiert, wo sie zu einer amorphen Vorfolie erstarrte. Die Vorfolie wurde im Streckverhältnis 3,6:1 längsgestreckt, wobei sie auf einer Temperatur von 95°C gehalten wurde. Die längsgestreckte Folie wurde anschließend mittels eines Meyerbars 4,7 µm dick mit einer wässrigen Beschichtungsdispersion mit einem Feststoffanteil von 5 Gew.-% beschichtet, die 50 Gew.-% Neorez® R-600 und 50 Gew.-% Epocros WS-700 (bezogen auf die getrocknete Beschichtung) enthielt. Die längsgestreckte und beschichtete Folie wurde bei einer Temperatur von 100°C getrocknet und dann im Streckverhältnis 4,3:1 quergestreckt, so dass man eine biaxial orientierte Folie erhielt. Die biaxial gestreckte Folie wurde bei 230°C thermofixiert. Die Endfoliendicke betrug 250 µm. Die Dicke der getrockneten Beschichtung ergibt sich rechnerisch aus dem Feststoffanteil der Beschichtungs Zubereitung, der Beschichtungsdicke (nass) und dem Querstreckfaktor zu 55 nm.

[0116] Die beschichtete Folie wurde mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Sie zeichnete sich durch niedrige Transparenz, einen hohen Weißgrad, einen hohen Glanz, eine sehr gute Haftung zu EVA, auch unter Einfluss von Feuchtigkeit und Wärme aus. Laminate aus der Folie mit EVA und Glas überstehen 20.000 h künstlicher Bewitterung ohne Delamination.

Beispiel 2

[0117] Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei zur Herstellung der Folie eine Schmelze aus Polyesterrohstoff M67 eingesetzt wurde. Die Folie wurde analog Beispiel 1 beschichtet und anschließend charakterisiert. Sie zeichnete sich ebenfalls durch niedrige Transparenz, einen hohen Weißgrad, einen hohen Glanz, eine gute Haftung zu EVA, auch unter Einfluss von Feuchtigkeit und Wärme, aus. Laminate aus der Folie mit EVA und Glas überstehen 20.000 h künstlicher Bewitterung ohne Delamination.

Beispiel 3

[0118] Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei zur Herstellung der Folie eine Schmelze von 70 Gew.-% M67 und 30 Gew.-% M80 eingesetzt wurde. Die Folie wurde analog Beispiel 1 beschichtet und anschließend charakterisiert. Auch in diesem Fall wurde eine Folie mit niedriger Transparenz, einem hohen Weißgrad, einem hohen

Glanz, einer gute Haftung zu EVA, auch unter Einfluss von Feuchtigkeit und Wärme, erhalten. Lamine aus der Folie mit EVA und Glas überstehen ebenfalls 20.000 h künstlicher Bewitterung ohne Delamination.

Beispiel 4

[0119] Die in Beispiel 1 hergestellte Folie wurde bei 280°C aufgeschmolzen. Die Schmelze wurde zu einem Strang geformt, in Wasser abgeschreckt und zu Granulat verarbeitet. Dieses Granulat wurde dem zur Herstellung der Basisfolie verwendeten Polyester zu 50 Gew.-% beigemischt. Die Folie wurde analog Beispiel 1 beschichtet und anschließend charakterisiert. Die beschichtete Folie hatte ähnliche Eigenschaften wie in Beispiel 1. Die Gelbzahl der Folie war trotz Regenerateinsatz im Vergleich zu Beispiel 1 nicht signifikant erhöht.

Beispiel 6 bis 17

[0120] Analog Beispiel 1 wurde eine Polyesterfolie hergestellt und wie beschrieben mit 5 Gew.-%-igen Beschichtungsdispersionen beschichtet, deren Zusammensetzungen in Tabelle 4 angegeben sind. Anschließend wurden die beschichteten Folien mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Sie zeichneten sich ebenfalls durch niedrige Transparenz, einen hohen Weißgrad, einen hohen Glanz, eine gute Haftung zu EVA, auch unter Einfluss von Feuchtigkeit und Wärme, aus. Lamine aus der Folie mit EVA und Glas überstehen 20.000 h künstlicher Bewitterung ohne Delamination.

Vergleichsbeispiel 1

[0121] Analog Beispiel 1 wurde eine Polyesterfolie, allerdings ohne Beschichtung, hergestellt. Die unbeschichtete Folie wurde mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Die EVA-Haftung nach 1.000 h bei 85°C und 85% rel. Luftfeuchtigkeit war ungenügend, und Lamine aus der Folie mit EVA und Glas zeigten nach 20.000 h künstlicher Bewitterung Delamination.

Vergleichsbeispiel 2

[0122] Analog Beispiel 2 wurde eine Polyesterfolie, allerdings ohne Beschichtung, hergestellt. Die unbeschichtete Folie wurde mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Die EVA-Haftung nach 1000 h bei 85°C und 85% rel. Luftfeuchtigkeit war ungenügend, und Lamine aus der Folie mit EVA und Glas zeigten nach 20.000 h künstlicher Bewitterung Delamination.

Vergleichsbeispiel 3

[0123] Die in Vergleichsbeispiel 1 hergestellte Folie wurde bei 28°C aufgeschmolzen. Die Schmelze wurde zu einem Strang geformt, in Wasser abgeschreckt und zu Granulat verarbeitet. Dieses Granulat wurde dem zur Herstellung der Basisfolie verwendeten Polyester zu 50 Gew.-% beigemischt. Die unbeschichtete Folie wurde mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Die EVA-Haftung nach 1.000 h bei 85°C und 85% rel. Luftfeuchtigkeit war ungenügend, und Lamine aus der Folie mit EVA und Glas zeigten nach 20.000 h künstlicher Bewitterung Delamination.

Vergleichsbeispiele 4 bis 7

[0124] Analog Beispiel 1 wurde eine Polyesterfolie hergestellt und wie beschrieben mit 5 Gew.-%-igen Beschichtungsdispersionen beschichtet, deren Zusammensetzungen in Tabelle 4 angegeben sind. Anschließend wurden die beschichteten Folien mittels der weiter oben beschriebenen Methoden charakterisiert. Die EVA-Haftung nach 1.000 h bei 85°C und 85% rel. Luftfeuchtigkeit war ungenügend, und Lamine aus der Folie mit EVA und Glas zeigten nach 20.000 h künstlicher Bewitterung Delamination.

Tabelle 1: Überblick über die wichtigsten erfindungsgemäßen Eigenschaften der beschichteten Folie

Eigenschaften	Symbol	Einheit	zweckmäßig	bevorzugt	besonders bevorzugt	Messmethode
Transparenz	T	%	<40	<35	<30	ASTM-D1033-77
Weißgrad	WG	-	>70	>75	>80	Berger
Glanz (20°)	GZ	-	>5	>10	>20	DIN 67530
Schrumpf (MD / TD)	S	%	<2,5	<2,0	<1,5	intern
Dicke der Folie	D	µm	5 bis 750	10 bis 500	-	intern
Partikelgehalt in der Folie	-	Gew.-%	>=3 bis <=50	>=4 bis <=40	>=5 bis <=30	-
Mittentraugigkeit	R _a	nm	>30-	>25	>20	DIN 4762
SV-Wert der Basisfolie	SV	-	>650	>700	-	DIN 53726
Dicke der Beschichtung	D	nm	5 bis 500	10 bis 250	-	intern
Härte der Beschichtung	H	GPa	>0,2	>0,25	>0,3	intern
Filmblocking	FB	G	>50	-	-	intern
Haftungswert zu EVA	-	N/15 mm	>50	>70	-	intern
Haftungswert zu EVA nach 1.000 h @ 85 °C, 85 % r.h. bezogen auf den Ausgangswert	R	%	>50	-	-	intern
Gelbzahl mit max. 50 % Eigenregenerat	-	-	<80	<70	-	ASTM-D 1925-70

Tabelle 2: Überblick über die verwendeten Beschichtungsmaterialien

Name	Hersteller	Typ
Neorez R-600	DSM Neoresins	aliphatische Polyether-Polyurethan-Dispersion
Neorez R-960	DSM Neoresins	aliphatische Polyester-Polyurethan-Dispersion
Neorez R-966	DSM Neoresins	aliphatische Polyether-Polyurethan-Dispersion
Permutex® RU-13-085	Stahl Europe	aliphatische Polycarbonat-Polyurethan-Dispersion
Epocros WS-700	Nippon Shokubai	wasserlösliches Oxazoliingruppen enthaltendes Polymer, 25 % in Wasser, Tg: 50 °C, 4,5 mmol Oxazoliingruppen / g Polymer
Epocros WS-300	Nippon Shokubai	wasserlösliches Oxazoliingruppen enthaltendes Polymer, 10 % in Wasser, Tg: 90 °C, 7,7 mmol Oxazoliingruppen / g Polymer
CarbodiLite V-02-L2	Nisshinbo	wasserbasierter Polycarbodiimidvernetzer
XL-702	Picassian	wasserbasierter Polycarbodiimidvernetzer
Denacol® EX-521	Nagase Chemical	wasserbasierter Polyglycerol-Polyglycidylether-Vernetzer
Elastron® MF-9	Daiichi Kogyo Seiyaku	wasserbasierte Dispersion eines geschützten Isocyanats
Cymel® 385	Cytec	Melamin-Formaldehyd-Dispersion
Z-6030	Dow Corning	Methacryloxypropyltrimethoxysilan
Z-6040	Dow Corning	Glycidoxypropyltrimethoxysilan
Eastek® 1100	Eastman	wässrige Polyesterdispersion, Tg: 55 °C
Permutex RA-22-094	Stahl Europe	wässrige Polyacrylatdispersion, Tg: 35 °C

Tabelle 3: Überblick über die Beispiele und Vergleichsbeispiele

	Basisfolie		EVA-Haftungsbeschichtung						
	Partikel [Gew.-%]	Eigenregene- rat [Gew.-%]	Polyurethan [Gew.-%] *	Vernetzer [Gew.-%] *	Weitere Komponenten [Gew.-%] *				
Beispiele									
1	BaSO ₄	18	-	R-600	50	WS-700	50	-	-
2	TiO ₂	7	-	R-600	50	WS-700	50	-	-
3	BaSO ₄ / TiO ₂	5 / 5	-	R-600	50	WS-700	50	-	-
4	BaSO ₄	18	50	R-600	50	WS-700	50	-	-
5	BaSO ₄	18	-	R-600	25	WS-700	75	-	-
6	BaSO ₄	18	-	R-600	75	WS-700	25	-	-
7	BaSO ₄	18	-	R966	50	WS-700	50	-	-
8	BaSO ₄	18	-	RU-13-085	50	WS-700	50	-	-
9	BaSO ₄	18	-	R-960	50	WS-700	50	-	-
10	BaSO ₄	18	-	R-600	50	WS-300	50	-	-
11	BaSO ₄	18	-	R-600	50	V-02-L2	50	-	-
12	BaSO ₄	18	-	R-600	50	XL-702	50	-	-
13	BaSO ₄	18	-	R-600	50	EX-521	50	-	-
14	BaSO ₄	18	-	R-600	50	MF-9	50	-	-

* Gew.-% bezogen auf die getrocknete Beschichtung

Tabelle 3: Überblick über die Beispiele und Vergleichsbeispiele (Fortsetzung)

		Basisfolie		EVA-Haftungsbeschichtung					
		Partikel [Gew.-%]	Eigenregene- rat [Gew.-%]	Polyurethan [Gew.-%] *	Vernetzer [Gew.-%] *	Weitere Komponenten [Gew.-%] *			
Beispiele									
15	BaSO ₄	18	-	R-600	50	Cymel 385	50	-	-
16	BaSO ₄	18	-	R-600	40	WS-700	40	Z-6030	20
17	BaSO ₄	18	-	R-600	40	WS-700	40	Z-6040	20
Vergleichsbeispiele									
1	BaSO ₄	18	-	-	-	-	-	-	-
2	TiO ₂	7	-	-	-	-	-	-	-
3	BaSO ₄	18	50	-	-	-	-	-	-
4	BaSO ₄	18	-	R-600	100	-	-	-	-
5	BaSO ₄	18	-	-	-	WS-700	100	-	-
6	BaSO ₄	18	-	-	-	WS-700	50	1100	50
7	BaSO ₄	18	-	-	-	WS-700	50	RA-22-094	50

* Gew.-% bezogen auf die getrocknete Beschichtung

Tabelle 4: Charakterisierung der Beschichtung und EVA-Haftung der Beispiele und Vergleichsbeispiele

	FB [g]	H [Gpa]	EVA-Haftungstest bei 85 Grad °C / 85 % r.h.					
			Etimex 485.00			Etimex 486.00		
			Nach 0 h [N / 15 mm]	Nach 1.000 h [N / 15 mm]	R [%]	Nach 0 h [N / 15 mm]	Nach 1.000 h [N / 15 mm]	R [%]
Beispiele								
1	27	0,39	123	117	95	115	109	94
2	25	0,35	135	125	93	111	105	92
3	24	0,35	124	115	93	117	110	93
4	26	0,36	136	124	92	121	106	91
5	25	0,31	131	113	87	118	98	83
6	35	0,32	129	110	85	117	95	81
7	17	0,40	127	122	96	120	114	95
8	30	0,33	115	102	89	107	91	85
9	19	0,31	120	66	55	113	59	52
10	26	0,37	122	115	94	112	105	94
11	35	0,38	129	123	95	115	108	94
12	41	0,35	120	112	93	110	100	91

Tabelle 4: Ergebnisse der EVA-Haftung der Beispiele und Vergleichsbeispiele (Fortsetzung)

		EVA-Haftungstest bei 85 °C / 85 % r.h.						
	FB [g]	H [Gpa]	Etimax 485.00			Etimax 486.00		
			Nach 0 h [N / 15 mm]	Nach 1.000 h [N / 15 mm]	R [%]	Nach 0 h [N / 15 mm]	Nach 1.000 h [N / 15 mm]	R [%]
Beispiele								
13	30	0,32	114	80	70	105	76	72
14	32	0,31	109	71	65	103	62	60
15	27	0,32	110	74	67	105	65	62
16	26	0,33	131	107	82	121	98	81
17	25	0,34	129	107	83	119	95	80
Vergleichsbeispiele								
1	13	-	20	2	10	15	2	13
2	9	-	18	1	6	15	1	7
3	10	-	19	1	5	14	1	7
4	110	0,13	71	18	25	58	8	13
5	57	0,11	88	21	24	85	9	10
6	73	0,12	91	20	22	87	13	15
7	64	0,15	93	23	25	88	14	16

Tabelle 5: Ergebnisse der Charakterisierung der Beispiele und Vergleichsbeispiele

	T [%]	WG [-]	GZ [-]	Ra [nm]	SV	S [%]			Beschichtungs- qualität
						MD	TD		
Beispiele									
1	4	110	47	40	752	1,0	0,8		excellent
2	15	91	50	30	742	1,1	0,8		excellent
3	11	95	51	32	744	1,2	0,9		excellent
4	4	102	59	41	715	1,0	0,8		excellent
5	14	87	62	31	750	1,1	0,9		excellent
6	5	108	46	41	751	1,0	0,9		excellent
7	4	109	46	40	748	1,0	0,8		excellent
8	5	107	46	42	745	1,0	0,9		excellent
9	6	108	47	40	743	1,0	0,9		excellent
10	4	110	45	41	751	1,1	0,8		excellent
11	4	110	49	41	754	1,2	0,9		excellent
12	5	111	50	42	751	1,0	0,8		excellent
13	4	108	47	40	747	1,0	0,9		excellent
14	5	110	47	41	751	1,0	0,9		excellent

Tabelle 5: Ergebnisse der Charakterisierung der Beispiele und Vergleichsbeispiele (Fortsetzung)

	T [%]	WG [-]	GZ [-]	Ra [nm]	SV	S [%]			Beschichtungs- qualität
						MD	TD		
Beispiele									
15	5	111	48	40	753	1,0	0,9		excellent
16	4	108	47	42	755	1,1	0,8		excellent
17	5	107	46	41	748	1,1	0,7		excellent
Vergleichsbeispiele									
1	5	110	46	42	751	1,0	0,9		unbeschichtet
2	15	90	52	32	746	1,2	0,8		unbeschichtet
3	4	104	55	42	717	1,1	0,8		unbeschichtet
4	6	110	45	41	748	1,0	0,9		befriedigend
5	5	110	45	41	750	1,0	0,8		gut
6	5	111	46	42	752	1,0	0,8		gut
7	4	109	47	10	746	1,1	0,8		gut

Tabelle 6: Ergebnisse des Eignungstests für Solarmodule der Beispiele und Vergleichsbeispiele

Zustand des Laminates nach 20.000 h künstlicher Bewitterung	
EVA: Etimex 485.00	EVA: Etimex 486.00
Beispiele	
1 bis 17	excellent, keine Delamination excellent, keine Delamination
Vergleichsbeispiele	
1	Delamination Delamination
2	Delamination
3	Delamination
4	Delamination
5	Delamination
6	Delamination
7	Delamination

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- EP 1826826 A [\[0007\]](#)
- EP 1908587 A [\[0008\]](#)
- EP 878496 [\[0052\]](#)

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- ISO4892 [\[0019\]](#)
- G. Oertel, „Polyurethan Handbook“, 2. Ausgabe, Carl Hanser Verlag, 1994 [\[0035\]](#)
- „Handbook of Thermoplastic Polyesters, Ed. S. Fakirov, Wiley-VCH, 2002“ [\[0073\]](#)
- „Handbook of Thermoplastic Polyesters, Ed. S. Fakirov, Wiley-VCH, 2002“ [\[0088\]](#)
- „Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Vol. 12, John Wiley & Sons, 1988“ [\[0088\]](#)
- Norm IEC61215 [\[0097\]](#)
- Norm ISO4892 [\[0101\]](#)
- ASTM-D 1925-70 [\[0106\]](#)
- ASTM-D1033-77 [\[0107\]](#)
- DIN 53726 [\[0109\]](#)
- DIN40634 [\[0110\]](#)
- DIN 4762 [\[0111\]](#)
- DIN 67530 [\[0112\]](#)
- Normen ASTM-D 523-78 [\[0112\]](#)
- ISO 2813 [\[0112\]](#)

Patentansprüche

1. Weiße, beschichtete Polyesterfolie, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie auf mindestens einer ihrer Oberflächen eine Beschichtung aufweist, die mindestens ein Polyurethan und mindestens einen Vernetzer enthält.

2. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens eine der nachfolgend aufgeführten Eigenschaften aufweist:

- eine Transparenz von < 40%, bevorzugt < 35% und besonders bevorzugt < 30%,
- einen Weißgrad nach Berger von > 70, bevorzugt > 75 und besonders bevorzugt > 80,
- einen Glanz der beschichteten Seite, gemessen bei einem Messwinkel von 20°, von > 5, bevorzugt > 10 und besonders bevorzugt > 20,
- einen Schrumpf bei 150°C innerhalb von 15 min in MD- und TD-Richtung von weniger als 2,5%, bevorzugt weniger als 2,0% und besonders bevorzugt weniger als 1,5%,
- eine Haftung der beschichteten Seite gegenüber EVA, ausgedrückt als Kraft, die benötigt wird, um ein Laminat aus der Folie gemäß Anspruch 1 und EVA (beschichtete Seite gegen EVA) unter einem Winkel von 180° zu trennen, von > 50 N/15 mm, bevorzugt > 70 N/15 mm,
- eine Dauerbeständigkeit der Beschichtung gegen erhöhte Temperatur und Feuchtigkeit, ausgedrückt als Kraft, die benötigt wird, um ein Laminat aus der Folie gemäß Anspruch 1 und EVA (beschichtete Seite gegen EVA) nach 1.000-stündiger Lagerung bei 85°C/85% rel. Luftfeuchtigkeit zu trennen, von noch mindestens 50% des Anfangswertes,
- eine mechanische Widerstandsfähigkeit der Beschichtung, gemessen mittels Nanoindentation, von > 0.2 GPa, bevorzugt > 0.25 GPa und besonders bevorzugt > 0.3 GPa,
- ein delaminationsfreies Überstehen einer beschleunigten Bewitterung in einem Xenon-Bewitterungsgerät gemäß ISO4892 über einen Zeitraum von 20.000 h,
- einen SV-Wert des Polyesters in der Folie von mehr als 700, bevorzugt mehr als 650,
- eine Mittenrauigkeit R_a der Folie auf der beschichteten Oberfläche von > 20, bevorzugt > 25 und besonders bevorzugt > 30 nm,
- einen Gelbwert von kleiner als 80, bevorzugt kleiner als 70.

3. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyurethan erhalten wurde durch Reaktion von mindestens einer Polyhydroxyverbindung mit mindestens einem Polyisocyanat.

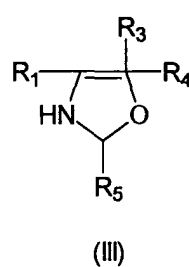
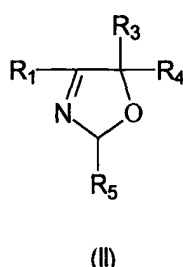
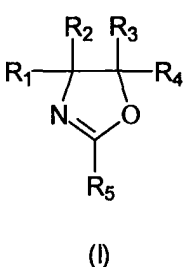
4. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Polyhydroxyverbindung ausgewählt ist aus Polyesterpolyolen, Polycarbonatpolyolen und Polyoxyalkylenepolyolen.

5. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Vernetzer eine mit Wasser mischbare oder in Wasser dispergierbare Komponente ist, welche reaktive Gruppen trägt, die Vernetzungsreaktionen eingehen können.

6. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Vernetzer ein Polymer ist, welches mindestens eine der folgenden Gruppen trägt: eine Oxazolingruppe, eine Carbodiimidgruppe, eine Epoxygruppe, eine Isocyanatgruppe oder ein Melamin.

7. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Vernetzer ein Polymer ist, welches eine Oxazolin- oder Carbodiimidgruppe trägt.

8. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass das oxazolingruppen-enhaltende Polymer eine makromolekulare Verbindungen ist, die durch Additionspolymerisation von
a) mindestens einem Oxazolinderivat gemäß einer der Strukturformeln (I) bis (III) und
b) mindestens einem weiteren Comonomeren entsteht,



wobei in den Strukturformeln (I) bis (III) die Reste R_1 , R_2 , R_3 , und R_4 jeweils unabhängig voneinander Wasserstoffatome, Halogenatome, Alkylgruppen, Aralkylgruppen, Phenyl- oder substituierte Phenylgruppen repräsentieren, und

R_5 einen nicht-cyclischen Rest mit einer polymerisierbaren Doppelbindung darstellt.

9. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Comonomer b) ausgewählt ist aus einer oder mehreren der nachfolgenden Verbindungen: Methacrylsäureester, ungesättigte Carbonsäuren, ungesättigte Nitrile, ungesättigte Amide, Vinylester, Vinylether, alpha-Olefine, halogenierte alpha-, beta-ungesättigte Verbindungen sowie alpha-, beta-ungesättigte aromatische Verbindungen.

10. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung zusätzlich ein oder mehrere Polymere enthält, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Polyester, Acrylate, Methacrylate, Polyvinylpyrrolidon und Kondensationsprodukte aus Alkoxysilanen.

11. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Beschichtung zusätzlich ein oder mehrere Additive enthält, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Antiblockmitteln, Tensiden, Antistatika, Antioxidantien und Schaumregulierer.

12. Weiße, beschichtete Polyesterfolie nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die getrocknete Beschichtung auf der Polyesterfolie eine Dicke von 5 bis 500 nm, bevorzugt 10 bis 250 nm, aufweist.

13. Verfahren zur Herstellung einer weißen, beschichteten Polyesterfolie nach Anspruch 1, umfassend das Extrudieren oder Coextrudieren einer oder mehrerer Weißpigment und/oder vakuoleninitiierende Partikel enthaltende Polyesterschmelzen durch eine Breitschlitzdüse auf eine Kühlwalze, Abziehen der dabei entstehenden Vorfolie, simultanes oder sequenzielles biaxiales Orientieren der Vorfolie, anschließendes Hitzefixieren und Aufwickeln der beschichteten Folie, dadurch gekennzeichnet, dass die Folie in-line vor der simultanen Orientierung oder vor der Querstreckung der sequenziellen Orientierung mit einer Beschichtungsflüssigkeit beschichtet wird, die mindestens ein Polyurethan und mindestens einen Vernetzer enthält.

14. Verwendung einer Folie nach Anspruch 1 als Rückseitenabdeckung für Solarmodule oder in Laminaten für Rückseitenabdeckungen für Solarmodule.

15. Solarmodul, enthaltend eine Folie nach Anspruch 1.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Figur 1

