

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101203366 B

(45) 授权公告日 2011.09.28

(21) 申请号 200580049658.0

米夏埃尔·迈尔-凯泽

(22) 申请日 2005.11.24

瓦尔特·梅翁

(30) 优先权数据

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所 11038

102005020424.4 2005.04.29 DE

代理人 张兆东

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007.10.29

(51) Int. Cl.

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2005/012602 2005.11.24

B29C 47/32 (2006.01)

B29C 47/92 (2006.01)

B29C 47/50 (2006.01)

(87) PCT申请的公布数据

W02006/117018 DE 2006.11.09

B29C 47/14 (2006.01)

B29C 47/88 (2006.01)

(73) 专利权人 赢创罗姆有限责任公司

(56) 对比文件

地址 德国达姆施塔特

EP 1202261 A, 2002.05.02, 全文.

(72) 发明人 克劳德·居纳滕

克里斯托夫·施泰因费尔斯

赫伯特·格罗特许斯

克里斯托夫·克罗默尔

赫尔穆特·黑林 德特勒夫·比尔特

克里斯托费尔·诺伊罗特

US 3422494 A, 1969.01.21, 第1栏第10-25行, 第2栏第57行至第8栏29行.

审查员 陈秀娟

权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 3 页

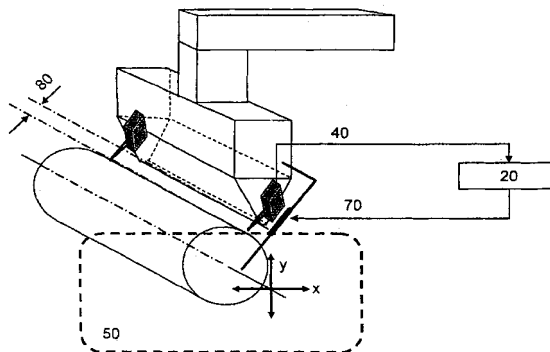
(54) 发明名称

用于制造热塑性塑料薄膜的方法、薄膜及其应用

(57) 摘要

本发明涉及一种用于制造由热塑性塑料构成的薄膜的方法, 热塑性塑料在一挤出设备上熔化和输送并以面状的熔体带的形式从挤出喷嘴的排出孔排出, 将熔体带置于冷却辊上并冷却, 挤出设备包含挤出机、具有宽槽形状的排出孔的挤出喷嘴及冷却辊, 冷却辊固定在辊支架上, 应用该挤出设备, 在工作状态下在挤出喷嘴排出孔和冷却辊表面之间的间距随时间的变化不大于 $\pm 50 \mu\text{m}$, 薄膜由聚甲基丙烯酸甲酯塑料、冲击改性的聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯塑料、苯乙烯丙烯腈塑料、甘醇改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料、聚烯烃塑料、环状烯烃共聚物、聚苯硫醚塑料、聚苯砜塑料、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚塑料或所述热塑性塑料的混合物制成。本发明还涉及所述薄膜及其应用。

CN 101203366 B



1. 用于制造由热塑性塑料构成的薄膜的方法,其中热塑性塑料在一个挤出设备上熔化和输送并且以面状的熔体带的形式从挤出喷嘴的排出孔排出,将熔体带置于冷却辊上并且冷却,所述挤出设备包含一挤出机、一具有宽槽形状的排出孔的挤出喷嘴以及一冷却辊,所述冷却辊固定在辊支架上,其特征在于,应用这样的挤出设备,其中在工作状态下在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊的表面之间的间距随时间的变化不大于 $\pm 50 \mu\text{m}$,薄膜由聚甲基丙烯酸甲酯塑料、冲击改性的聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯塑料、苯乙烯丙烯腈塑料、甘醇改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料、聚烯烃塑料、环状烯烃共聚物、聚苯硫醚塑料、聚苯砜塑料、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚塑料或所述的各不同的热塑性塑料的混合物制成。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,冷却辊具有 $\pm 10 \mu\text{m}$ 或更低的同轴度精度。

3. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,冷却辊固定在一个与挤出喷嘴固定连接的辊支架上。

4. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,冷却辊固定在一个经由至少两个促动器与挤出喷嘴相连接的辊支架上,其中促动器经由一个调节回路控制,使得促动器主动地抑制挤出喷嘴的排出孔与冷却辊之间的间距的变化。

5. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,挤出喷嘴的排出孔的边缘在不均匀度不大于 $\pm 5\%$ 时具有最高为 $50 \mu\text{m}$ 的半径。

6. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,挤出设备在挤出机和挤出喷嘴之间具有一个熔体泵。

7. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,挤出喷嘴的喷嘴唇区域的内表面配备一个减小摩擦的涂层。

8. 如权利要求7所述的方法,其特征在于,所述涂层由一个单层的或多层的、改性的由 Ni、CrN、TiCN、TiC、TiAlN 或 DLC 构成的涂层或其它的类似金刚石的碳涂层制成。

9. 如权利要求7或8所述的方法,其特征在于,挤出喷嘴的内表面在挤出喷嘴唇区域内通过冶金或化学的方式改变或涂抹。

10. 如权利要求7所述的方法,其特征在于,挤出喷嘴的内表面在挤出喷嘴唇区域内设有一个单层的或多层的、由氟化合物制成的涂层。

11. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间的路径上加热熔体带。

12. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,使用一挤出设备,其中熔体带在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间被一包裹件包围。

13. 如权利要求12所述的方法,其特征在于,在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间的路径上利用惰性气体包围熔体带。

14. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,喷嘴唇区域的内表面具有根据 DIN 4768 的粗糙深度 R_a 从 $0.01 \mu\text{m}$ 至 $0.002 \mu\text{m}$ 或更低, R_z 从 $0.08 \mu\text{m}$ 至 $0.015 \mu\text{m}$, 以及 R_{max} 从 $0.10 \mu\text{m}$ 至 $0.025 \mu\text{m}$ 。

15. 利用根据权利要求1所述的方法由热塑性塑料制成的薄膜,其具有 10 至 $150 \mu\text{m}$ 的厚度和一面内-双折射,所述面内-双折射在垂直透射时导致最高为 25nm 的光学路径差异,其特征在于,薄膜在表面的任何区域内在一个直径为 12cm 的圆形面内对一垂直入射的光束的偏转都不大于 0.8 角分并且该薄膜在直径为 12cm 的圆形面上的厚度公差不大于

+/-1%，并且薄膜的垂直双折射最高为 0.0004。

16. 如权利要求 15 所述的薄膜，其特征在于，该薄膜由透明的热塑性塑料制成。

17. 如权利要求 15 或 16 所述的薄膜，其特征在于，该薄膜由线性的或分叉的聚碳酸酯制成，其平均分子量 M_w 从 10000 至 45000。

18. 根据权利要求 15 至 17 之一项的薄膜的应用，用于构造光学的数据载体中的透明的层，用作光学的数据载体的覆盖薄膜，用作光学的数据载体的防擦伤的覆盖薄膜，用作光学的数据载体的信息层的载体材料，或用作 LCD 屏幕中的功能薄膜。

用于制造热塑性塑料薄膜的方法、薄膜及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及用于制造热塑性塑料薄膜的方法、薄膜及薄膜的应用。

背景技术

[0002] EP 1 117 731 B1 描述了近乎光学均质的聚碳酸酯薄膜以及一种用于其制造的冷却辊方法。在此,垂直向下由挤压喷嘴流出的熔化薄膜在切向上,即与辊表面形成 0° 的角度,放置在一个冷却辊(Chill-Roll-Walze)上。薄膜由线性的或分支的聚碳酸酯制成,其具有平均的分子量 M_w 为10000或40000。该发明的薄膜具有 $1\% / < 1\%$ 的收缩($190^\circ / 30\text{min}$ 机器方向(MD)/横向方向(TD))。优选该发明的薄膜的表面的任何区域对线性极化的光的偏转都不大于2角分。路径差异例如可以为31nm,双折射 $\Delta n \times 10^{-4}$ 。在拉伸试验中例如根据ISO 527-3MD/TD的断裂伸长率测量为39%或35%。为了避免喷嘴线条或挤出条纹,建议使用一种挤出喷嘴,其在喷嘴唇区域内的内表面具有0.025至0.002的根据DIN 4768的粗糙深度。这可以通过铬处理和抛光实现。

[0003] EP 1 285 742 A2 描述了用于光学应用的薄膜,在 $100 \mu\text{m}$ 以下的厚度范围内具有较小的不大于10nm的相差以及一个 ± 10 角分的“光学的轴偏差”和较小的在每2cm宽度上最大为 $2.4 \mu\text{m}$ 的厚度波动。薄膜借助于一个冷却辊方法制造。有利的材料特性特别是可以如此取得,即在聚合物熔体由挤出喷嘴流出后直至与冷却辊接触的温度保持在塑料的玻璃软化温度之上至少 30°C 。为此目的,从挤出喷嘴的出口至与冷却辊的接触点之间的路径相对较短,例如在例如30至150mm的范围内选择。流出的熔体薄膜可以此外借助于一个包裹件被热屏蔽或被附加地加热。这种方法适合于许多种塑料、特别是降冰片塑料(nornbornene plastics)。

[0004] US 5,476,134 描述了一种镀有氮化铬的挤出机,用于制造由铝铁合金制成的部件。这特别是适合于在制造具有小于0.3%的铁含量的铝合金时减小挤出机部件的腐蚀。

[0005] EP 351 886(Bayer AG) 描述了一种铸造或挤出方法,用于制造光学单轴的双折射的聚碳酸酯薄膜,其借助于石英辐射加热器加热。因此实现将不期望的双折射减小至不再干扰的值。

[0006] JP 8336883 描述了一种用于由热塑性塑料挤出薄膜的方法,其中应用这样的挤出喷嘴,其中排出孔的边缘具有 $30 \mu\text{m}$ 或更低的半径,其中不均匀度不大于 $\pm 20\%$ 。所述的喷嘴几何形状特别是抑制不期望的堆积的构成。

[0007] JP 6335949 描述了一种用于挤出由热塑性塑料优选例如聚醚砜、聚苯醚、聚醚酮构成的薄膜,其中应用这样的挤出喷嘴,其中排出孔的边缘具有 $30 \mu\text{m}$ 或更低的半径,其中不均匀度不大于 $\pm 20\%$ 。挤出喷嘴可以由钢或陶瓷制成。具有铬、镍、钛、铜、锌等的涂层可以抑制喷嘴材料与挤出的塑料材料的可能的相互作用。所述的喷嘴几何形状特别是抑制喷嘴线条的构成。

[0008] JP 2002-028941 描述了一种用于制造由聚乙烯醇构成的薄膜的方法,其可以用作极化薄膜。当应用这样的挤出喷嘴,其中排出孔的边缘具有 $200 \mu\text{m}$ 或更低的半径,可以得

到具有减小的厚度波动的薄膜。

[0009] JP 2003-267758 描述了一种用于给光学纤维镀上塑料包封件的方法。在此应用这样的挤出喷嘴,其中排出孔的边缘具有 10 至 30 μm 的半径。所描述的喷嘴几何形状特别是抑制在喷嘴边缘的区域内的塑料堆积的构成,从而这种方法在较长的制造时段内可以无干扰地运行。另外的一个优点在于,塑料涂层具有较小的厚度波动。

[0010] EP 0 547 562 A1 描述了一种利用镀层溶液给环绕辊的、面状的带镀层的方法。在此,镀层溶液由一个宽槽喷嘴在径向上、即与辊表面成 90° 地涂覆到待镀层的带上。通过辊的传输运动形成一个多层的带。由于陡的涂覆角度,相对于涂覆的涂层溶液的量形成阻塞。当喷嘴与辊的间距或相应的位于喷嘴和辊之间的间隙非常偏离额定状态时,可能导致多层带的表面质量的损害,例如导致线条或条纹的形成。为了有利地影响这种方法的可重复性和精度,在镀层喷嘴的左右安装一个具有调节回路的间距测量装置。如果镀层喷嘴的排出孔和辊之间的间距偏离额定值,那么镀层喷嘴相对于辊的位置借助于调节装置相应地校正。

[0011] EP 1 202 261 A1 描述了一种光学存储介质。此外将市场上通用的挤出的、在冷却辊方法中制造的聚碳酸酯薄膜与市场上通用的铸造的聚碳酸酯薄膜的垂直双折射进行比较。挤出的薄膜具有 0.00029 的垂直双折射值,铸造薄膜的值为 0.00066。

发明内容

[0012] 塑料薄膜的一系列应用领域,特别是在光学的数据载体的范围内,除了需要较小的光学双折射外,还越来越需要在薄膜表面质量方面的改善。特别是在较大的面积上、甚至在整个薄膜上需要更小的厚度公差。

[0013] EP 1 117 731 B1 和 EP 1 285 742 A2 公开了值得注意的用于制造具有极其小的、在几个毫微米范围的双折射特性的薄膜的方案,其能够满足光学领域内的高要求。就表面质量而言,根据 EP 1 117 731 B1 的教导可以制造这样的薄膜,其在薄膜的任何区域内对线性极化光的偏转都不大于 2 角分。根据 EP 1 285 742 A2 可以在每 2cm 的宽度上实现大约 2.4 μm 范围内的厚度公差。

[0014] 本发明的目的在于,提供一种由塑料制成的薄膜,其一方面具有在 EP 1 117 731 B1 和 EP 1 285 742 A2 范围内的非常好的双折射特性,并且另外一方面实现更加改善的表面质量。薄膜此外应当在整个薄膜区域上具有更小的厚度公差。改善的表面质量和厚度公差应当满足光学数据载体的特别高的要求并且因此涉及在直径为 12cm 的圆形面内的规格。

[0015] 上述目的通过一种用于制造由热塑性塑料构成的薄膜的方法实现,其中热塑性塑料在一个挤出设备上熔化和输送并且以面状的熔体带的形式从挤出喷嘴的排出孔排出,将熔体带置于冷却辊上并且冷却,所述挤出设备包含一挤出机、一具有宽槽形状的排出孔的挤出喷嘴以及一冷却辊 (Chill-Roll-Walze),所述冷却辊固定在辊支架上,其特征在于,应用这样的挤出设备,其中在工作状态下在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊的表面之间的间距随时间的变化不大于 $\pm 50 \mu\text{m}$,薄膜由聚甲基丙烯酸甲酯塑料、冲击改性的聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯塑料、苯乙烯丙烯腈塑料、甘醇改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料、聚烯烃塑料、环状烯烃共聚物、聚苯硫醚塑料、聚苯砜塑料、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚塑料或所述

的各不同的热塑性塑料的混合物制成。

[0016] 根据本发明的方法可得到一种由热塑性塑料制成的薄膜,该薄膜具有 10 至 150 μm 的厚度和一面内 - 双折射以及一最高为 0.0004 的垂直双折射,所述面内 - 双折射在垂直透射时导致最高为 15nm 的光学路径差异,其特征在于,薄膜在表面的任何区域内在一个直径为 12cm 的圆形面内对一个垂直入射的光束的偏转都不大于 0.8 角分并且该薄膜在直径为 12cm 的圆形面上的厚度公差并不大于 $\pm 1\%$ 。

[0017] 根据本发明,上述的薄膜的应用于构造光学的数据载体中的透明的层,用作光学的数据载体的覆盖薄膜,用作光学的数据载体的防擦伤的覆盖薄膜,用作光学的数据载体的信息层的载体材料,或用作 LCD 屏幕中的功能薄膜。

附图说明

[0018] 本发明借助于下面的附图详细阐述,但是不限于这些实施方式。其中:

[0019] 图 1 本发明的挤出设备的倾斜的侧向示意图;

[0020] 图 2 本发明的挤出设备的侧向示意图(横向于挤出方向);

[0021] 图 3 本发明的挤出设备的前部示意图。

具体实施方式

[0022] 方法

[0023] 对于本发明重要的是,使用冷却辊熔体铸造方法,这是长久以来就已知的(例如参见 EP 1 117 731 B1 或 EP 1 285 742 A2)。由挤出喷嘴优选垂直向下流出的熔体薄膜被置于一个单个的冷却辊(冷却辊或铸造辊)上并且被冷却。

[0024] 如在 EP 1 117 731 B1 中,优选基本上在切向上、特别是优选在切向上将熔体薄膜置于冷却辊的表面上。切向意味着,通常由挤出喷嘴垂直向下排出的熔体薄膜在之前没有经历偏转的情况下,轻微地或仅仅以一个理想的 0° 角接触在熔体薄膜侧向上定位的辊的与其最接近的表面并且可以紧接着将辊包围。这个角度在此通过熔体的主流动方向和圆形的辊横截面在熔体的接触点处的切线的向量构成。

[0025] 基本上切向特别是不是意味着径向,而是熔体薄膜从理想的切向接触出发最多偏转较小的角度与接触辊接触,例如直至最高为 20° 的角度。后者然而是不太优选的。将熔体薄膜沿切向置于冷却辊上具有这样的优点,即避免了可能负面影响产品质量的伸长或变形或至少保持较低。

[0026] 在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间熔体薄膜经历一段间距或路径。越过挤出喷嘴以及冷却辊的宽度,这个间距(在静止状态下)应当在整体上近乎恒定,从而在熔体带的宽度上没有伸长出现。间距在挤出方向上应当整体上保持尽可能小。优选在静止状态下在熔体由挤出喷嘴流出的出口和与冷却辊的接触点之间的间距在 5 至 500mm 的范围内、优选在 10 至 250mm 的范围内、特别是在 15 至 150mm 的范围内。在工作状态下这个间距由于振动在几个 μm 的范围内变化,这在下面进一步阐述。

[0027] 熔体薄膜在此特别优选在挤出方向上不被拉伸或仅仅被轻微地拉伸,不大于因子 5,并且在熔体薄膜接触到冷却辊或被放置在冷却辊上之前不遭受主动的冷却。这具有这样的优点,即,几乎不会出现分子定向并且形成的薄膜具有高度的光学各向同性。优选冷却辊

方法特别是与所谓的研光机方法不同,在研光机方法中熔体薄膜穿过一个由两个对置的辊构成的辊间隙。

[0028] 本发明涉及一种用于制造本发明的薄膜的方法。

[0029] 热塑性的塑料在一个挤出设备上熔化、输送并且以面状的熔体带形式由挤出喷嘴的排出孔排出,所述挤出设备包括挤出机、熔体泵和一个具有宽槽形状的排出孔的挤出喷嘴。

[0030] 优选在熔体泵和挤出喷嘴之间设置一个熔体过滤器,其抑制污物。过滤器嵌件的筛孔大小可以例如是 5 至 50 μm , 优选例如 10 至 30 μm 。

[0031] 挤出喷嘴可以此外在喷嘴出口区域内以众所周知的方式配备一个轮廓工具。所述轮廓工具用于精确调节排出的熔体轮廓,其中一个薄壁形构成的出口区域在调节元件例如螺栓、旋转螺栓或压电转换器的力作用下相应地变形。合适的是,例如喷嘴出口区域构造成柔性的唇或构成为所谓的“超柔唇”(例如参见 EP-A 367 022) 或构成为膜片(参见 Gross et al. Kunststoffe 84(1994)10, S. 1352-1358)。

[0032] 熔体带被放置在一个单个的冷却辊上并且被冷却。冷却辊在此例如具有 100 至 200 $^{\circ}\text{C}$ 的温度,例如 100 至 130 $^{\circ}\text{C}$ 或 110 至 120 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0033] 避免振动传递

[0034] 与冷却辊方法在制造低定向的薄膜时的优点相反,重大的缺点在于,可达到的厚度公差不仅在挤出方向上而且在横向于挤出方向上比在研光机方法时显著变差。在研光机方法中,在过程中在辊间隙之前构成一个较小的熔体余量。这个余量和辊间隙中的压力导致薄膜厚度在所有方向上的均化。这个原理的后果就是,在冷却辊方法中通常可达到的厚度公差显著变差。

[0035] 本发明以这样的认识为基础,即由挤出机并且特别是熔体泵的区域可能将振动传递至挤出喷嘴。这个振动导致在工作状态下在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间变化的间距。这个变化的间距又导致熔体带的压缩或伸长,这又导致厚度公差的增加。

[0036] 本发明此外以这样的认识为基础,即冷却辊由于自身的不平衡有助于挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间变化的间距。这个变化的间距又导致熔体带的压缩或伸长,这又导致厚度公差的增加。

[0037] 因此优选使用或应用这样的挤出设备,其中在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的间距在工作状态下的改变或随时间的变化不大于 ± 50 、特别优选不大于 $\pm 25 \mu\text{m}$ 、特别优选不大于 $\pm 10 \mu\text{m}$ 。

[0038] 这例如可以这样实现,即应用这样的冷却辊(chill),其具有 $\pm 10 \mu\text{m}$ 或更低的同轴度精度。通过这个措施,振动可以减小至 $\pm 25 \mu\text{m}$ 的范围内或更小。振动的减小以意想不到的方式导致减小的厚度公差并且特别是导致所形成的薄膜的跳跃式改善的表面质量,激光偏转在小于 / 等于 0.8 角分、优选小于等于 0.5 角分的范围内。

[0039] 适合于本发明目的的、具有 $\pm 10 \mu\text{m}$ 或更低的、优选 $\pm 5 \mu\text{m}$ 或更低的同轴度精度的冷却辊(chill)可以在这个精度下制造并且制造用于挤出设备的各构件的制造商可以提供。给出的同轴度精度涉及安装状态或工作状态。这个辊不仅必须精确地制造,而且必须以高的精度定位和定心在挤出设备中。

[0040] 在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊表面上的一个点之间的间距(在工作状态下)或最

小的间距（在静止状态下）可以例如借助于光学的测量传感器或通过激光位移测量装置近乎在任意选择的测量点之间确定。优选在挤出喷嘴的排出孔附近选择测量点并且从那儿出发选择一个位于辊表面上的测量点，其给出在静止状态下的最短的测量路径。重要的因素在此不是间距本身，而是在工作状态下间距随时间的变化。符合目的地，间距通过两个与温度不相关的间距传感器测量，其分别定位在挤出喷嘴的排出孔附近的左边和右边，从而从那儿出发优选可以测定与冷却辊表面的相应最短间距（在静止状态下）。而后在工作状态下测定这个间距的变化。两个测量传感器的数值可以紧接着通过计算机进行平均。如此获得的数值对应于在工作状态下挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的平均间距的变化。

[0041] 可以通过不同的方式限定在工作状态下在挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的平均间距随时间的变化。

[0042] 另外一个技术措施可以是，将保持冷却辊的辊支架在一个或多个点例如经由例如由钢制成的支柱与挤出喷嘴例如通过螺钉或铆钉固定连接。通过这个简单的措施业已显著减小对挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的平均间距产生负面影响的振动。

[0043] 一个更进一步的技术措施可以是，将保持冷却辊的辊支架与挤出喷嘴经由至少两个促动器连接，其中促动器经由一个调节回路控制，使得它们有利地影响挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的间距变化。通过这个措施进一步减小对挤出喷嘴的排出孔和冷却辊之间的平均间距产生负面影响的振动。促动器例如压电促动器例如安装在辊附近的左右两侧并且在挤出喷嘴的排出孔的左、右侧的点上与挤出喷嘴连接。必要时还可以在辊支架和挤出喷嘴之间安装附加的固定的支柱。

[0044] 所述的各技术措施可以单个地或者优选地组合使用。

[0045] 熔体泵

[0046] 即使不处在上述的措施的范围内，亦可附加地取得一定的效果，当挤出设备在挤出机和挤出喷嘴之间具有一个熔体泵时。熔体泵使得由挤出机进入挤出喷嘴的波动的熔体压力平稳并且同时有助于减小振动传递。

[0047] 优选使用一个挤出设备，其中熔体泵与挤出喷嘴脱离，以避免波动传递。所述分离可以机械地实现，例如经由柔性的、耐高温的用于熔体的导管。

[0048] 减小或避免从熔体泵向挤出喷嘴的振动传递具有这样的优点，即可以获得具有进一步减小的厚度公差和改善的表面质量的薄膜。

[0049] 挤出喷嘴的排出孔的边缘半径

[0050] 在一个优选的实施方式中另外一个特征可以有助于本发明的薄膜的较小的厚度公差，即挤出喷嘴的排出孔的边缘半径最高是 $50\ \mu\text{m}$ ，优选最高或小于 $30\ \mu\text{m}$ ，特别是最高或小于 $25\ \mu\text{m}$ 。挤出喷嘴的排出孔的边缘半径优选在排出孔的宽度上具有最高或小于 $\pm 5\%$ 的不均匀度。相对尖锐的且非常均匀的边缘可能导致特别好地释放熔体带，这可以有助于获得具有较小的厚度公差的薄膜。排出孔的边缘或两个边缘优选具有一个 45° 至 100° 的角度，通常为 90° 。

[0051] 喷嘴唇区域的内表面的粗糙度可以影响制造的薄膜的表面质量。喷嘴唇区域的内表面是在分配通道和一个可能存在的保持岛 (Stauinsel) 之后的区域。喷嘴唇区域的内表面，根据挤出喷嘴的特性，从排出孔测量，伸出 0.5 至 5cm 进入挤出喷嘴的内部。喷嘴唇区域的内表面优选具有从 $0.01\ \mu\text{m}$ 至 $0.002\ \mu\text{m}$ 或更低的粗糙深度 R_a (根据 DIN 4768)、从

0.08 μm 至 0.015 μm 的 R_z 以及从 0.10 μm 至 0.025 μm 的 R_{max} 。

[0052] 减小摩擦的涂层

[0053] 优选挤出喷嘴的喷嘴唇区域的内表面配备一个减小摩擦的涂层。这具有这样的优点,即提高过程安全性,特别是在长时间工作中。在挤出设备的长时间工作后,例如在 20 至 60 小时持续工作后,可能在构成喷嘴唇区域内构成不期望的堆积,其导致在薄膜表面上构成喷嘴线条。在薄膜上的喷嘴线条可能在有些情况下肉眼可见。人们也称之为挤出条纹。特别成问题的是非常细的、肉眼不可见的喷嘴线条。薄膜最初看上去是无光学缺陷的。在使用这种薄膜制造光学的数据载体载体时,然而由于缺陷位置导致读取数据时的错误。喷嘴线条可以被显著减小甚至完全避免,当挤出喷嘴的喷嘴唇区域的内表面配备减小摩擦的涂层时。为了不损害喷嘴唇区域的弹性,涂层应当不是非常厚。有利的是,涂层具有在 3 至 30 μm 、优选是 5 至 20 μm 的范围内的总体厚度。

[0054] 喷嘴唇区域优选划分成可拆散的各元件并且因此使得在加工内表面时实现更好的可接近性。

[0055] 优选的粗糙深度范围可以通过喷嘴唇区域的内表面的抛光或涂层实现。根据 EP 1 117 731 B1,喷嘴唇区域的内表面例如镀铬,其可以被附加地抛光。

[0056] 涂层可以优选由 Ni、CrN、TiCN、TiC、TiAlN、DLC (Diamond-Like-Carbon) 或其它的类似金刚石的碳涂层制成。这些涂层相对于如由 EP 1 117 731 B1 已知的铬涂层具有更高的直至 10 倍长度的使用寿命。相应的涂层和其在钢表面上的涂敷对于专业人员而言在原理上例如由 US 5,476,134 或 US 4,637,477 已知。

[0057] 用于将相应的涂层涂敷到喷嘴唇区域的内表面上的合适的方法例如是“物理蒸镀”方法 (PVD 方法,例如见 US 5,476,134 或 US4,637,477)。涂层可以构成为一层或优选多层。在多层涂层中可以在挤出喷嘴的相对软的钢或钢合金上优选首先涂敷一个硬的层,例如 10 至 20 μm 厚度的镍层,其而后涂敷一个更硬的层,例如 2 至 5 μm 厚度的 TiN、CrN 或 DLC 层。喷嘴唇区域的内表面的多层的涂层,其具有内部的镍层和一个涂敷在其上的 TiN、CrN 或 DLC 层,特别是对于挤出由聚碳酸酯制成的薄膜是有利的。

[0058] 在选择聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 作为热塑性的塑料的情况下,特别是钨碳化物涂层作为减小摩擦的涂层优选用于喷嘴唇区域的内表面,其可以通过等离子涂敷的方式加设。

[0059] 挤出喷嘴在挤出喷嘴唇区域内的内表面可以通过冶金或化学的方式改变或涂抹。

[0060] 挤出喷嘴在挤出喷嘴唇区域内的内表面可以设有一个单层的或多层的、由氟化合物制成的涂层。

[0061] 加热流出的熔体薄膜

[0062] 优选熔体带在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间的路径上被加热。这具有优点,即仅仅出现减小的内部的分子应力。有利的是,如此加热熔体薄膜,使得它与冷却辊的接触点上或在此接触点之前不久具有一温度,该温度比挤出的塑料的玻璃软化温度至少高 30°、至少 40°、至少 60° 或至少 80°。

[0063] 玻璃软化温度在此特别是理解成根据 ISO 11357-23.3.3 的中点温度 T_{mg} 。测量在没有添加增塑剂、在游离单体含量小于 100ppm、在加热速率小于 10°C / 分钟的情况下并且在氮气气氛下实现。

[0064] 包裹件 / 惰性气氛

[0065] 优选使用这样的挤出设备,其中熔体带在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间被包裹件包围。这一方面可以实现熔体带的有效的加热并且同时开启这样的可能性,即在从挤出喷嘴的出口和与冷却辊的接触点之间的路径上利用惰性气体例如氮气包围熔体带。后者具有这样的优点,即减小或避免塑料材料中的氧化过程,所述氧化过程可能导致不期望的褪色或混浊度。

[0066] 薄膜

[0067] 本发明涉及一种薄膜、特别是挤出薄膜,其由热塑性的、优选透明的热塑性塑料制成,其具有 10 至 150 μm 、优选 20 至 120 μm 、特别是 30 至 100 μm 的厚度。

[0068] 面内 - 双折射 (in-plane birefringence)

[0069] 薄膜的面内 - 双折射从光学路径的差异计算。光学的路径差异基于一个相对于薄膜表面垂直入射的光束的双折射可以例如根据偏振光显微镜学 (Polarimeter) 的原理确定。用于确定面内 - 双折射的方法对于专业人员来说是熟悉的 (例如见 ISO 11455)。

[0070] 薄膜具有一个双折射 (面内 - 双折射),其在垂直的透射时导致最高为 25nm、特别是最高 20nm、优选最高 15nm、优选最高 12nm、特别是最高 10nm 或最高 5nm 的路径差异。面内 - 双折射例如可以是 2 至 10nm 或 2 至 5nm。具有这些数值的薄膜称为光学和机械各向同性的或近乎各向同性的,并且适合于用于具有较高要求的光学应用。

[0071] 垂直的双折射

[0072] 本发明的挤出薄膜此外与铸造薄膜 (例如参见 EP 351 886) 的区别在于一个显著较小的垂直的双折射 (垂直的双折射,例如参见 EP 1202 261 A1)。本发明的垂直双折射最高为 0.0004、优选最高 0.0003。用于确定垂直的双折射的合适的测量方法例如详细地在 EP 1 202 261A1 中描述,见第十一页第四十四行至第十二页第二十四行。这个原则与面内 - 双折射不同,其基于一个 45° 的光线入射角。用于确定垂直的双折射的方法对于专业人员来说是熟悉的。

[0073] 当本发明的薄膜使用在光学的数据载体中时,在垂直的双折射中的较低的值特别是有利的。用于扫描数据载体的激光光学装置的数值口径越高,倾斜入射的激光束的份额越大。特别是在具有高的数据口径的光学装置时,信 / 噪比随着垂直的双折射的增加而变差。

[0074] 表面质量

[0075] 令人意想不到地,薄膜在表面的任何区域内,就一个直径为 12cm 的圆形面、优选对于一个 1m² 的面积、特别是优选对于一个 10m² 的面积而言,对一个垂直入射的光束的偏转都不大于 0.8 角分,优选不大于 0.5 角分。

[0076] 特别是薄膜在表面的任何区域内,就一个直径为 12cm 的圆形面而言,对一个垂直入射的光束的偏转都不大于 0.6 角分或大于 0.5 角分。

[0077] 所述测量借助于记录偏转角实现,穿过薄膜的激光束经历所述偏转角。为此应用所述的激光偏转方法。在整个挤出宽度上借助于一个利用多相电动机驱动的推动台测量激光束在垂直透射薄膜时所经历的角度偏转。为了验证本发明所需要的薄膜表面质量,可以测量具有直径为 12cm 的圆形面的冲裁件或薄膜带的 1m² 或 10m² 的部段或截段。

[0078] 薄膜的表面质量的测量例如可以这样实现,其中在整个挤出宽度上测量 632.8nm

的光束在横向于挤出方向垂直透射薄膜时所经历的角度偏转。可以借助于一个利用多相电动机驱动的推动台实现这个任务。所应用的激光束的直径在此可以优选小于或最高大致等于待探测的缺陷位置例如喷嘴线条或挤出条纹的尺寸。这对于在市场上常见的激光设备特性几乎都是这种情况。发射的束而后穿过一个望远镜以增大偏转角度并且入射到一个对位置及强度灵敏的数字光学传感器上。这个传感器确定入射在其上的光点的强度和 / 或中心位置并且经由一个串行接口在 x 和 y 坐标系中输出。为了评价喷嘴线条, 仅仅 y 分量是相关的。

[0079] 厚度公差

[0080] 薄膜特别是具有这样的厚度公差或薄膜厚度的差别, 其在直径为 12cm 的圆形面内不大于 $\pm 1\%$ 、优选不大于 0.5%。百分比差异在此相对于在直径为 12cm 的圆形面内最大厚度值和最小厚度值的平均值而言。这个规格确保了, 薄膜例如适合于制造具有高的存储密度例如 25GB 或更大的光学的数据存储器。就 100 μm 厚度的薄膜而言, 在直径为 12cm 的圆形面内与平均值的厚度偏差不大于 $\pm 1 \mu\text{m}$ 。

[0081] 厚度公差的测定可以通过干涉测量法的层厚度测量确定, 这对于专业人员是已知的。

[0082] 为了干涉测量法的层厚度测量, 可以例如应用一个消色差的测量头。层厚度测量涉及在薄膜的两个边界面上被反射的光的叠加。在材料的折射率已知时, 由反射光的光谱可以确定层厚度。

[0083] 塑料

[0084] 薄膜由一种热塑性的、优选由透明的热塑性的塑料制成。优选薄膜具有一个用于日光 (D65 标准照明) τ_{D65} 的透光度, 例如见 DIN5033/5036, 在至少 60%、优选从 65 至 92% 的范围内。

[0085] 薄膜可以例如由聚甲基丙烯酸甲酯塑料、冲击改性的聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯塑料、聚苯乙烯塑料、苯乙烯丙烯腈塑料、聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料、甘醇改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯塑料、聚氯乙烯塑料、聚烯烃塑料、环状烯烃共聚物 (COC)、聚苯硫醚 (PPS) 塑料、聚苯砜 (PPSU) 塑料、丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯共聚 (ABS) 塑料或各种不同的热塑性塑料的混合物制成。

[0086] 薄膜优选由线性的或分叉的聚碳酸酯制成, 其平均分子量 M_w (重量平均值) 从 10000 至 45000、优选从 12000 至 25000、特别优选从 15000 至 20000。

[0087] 分子量 M_w (重量平均值) 的确定例如通过凝胶渗透色谱法或光散射法实现 (例如见 H. F. Mark et al., Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, 2nd. Edition, Vol. 10, page 1 ff., J. Wiley, 1989)。

[0088] 应用

[0089] 本发明的薄膜例如可以用于在光学的数据载体中构造透明的层、用作光学的数据载体的防擦伤的覆盖薄膜、用作光学的数据载体的信息层的载体材料, 或者用作 LCD 屏幕的功能薄膜。

[0090] 示例

[0091] 示例 1

[0092] 本发明的薄膜通过冷却辊 - 挤出一种聚碳酸酯模塑化合物制造, 其平均分子量

(重量平均值) 大约为 20000 (道尔顿)。

[0093] 挤出设备由一种单螺杆挤出机、熔体泵和宽槽挤出喷嘴构成, 所述宽槽挤出喷嘴具有一个 $680\text{mm} \times 0.4\text{mm}$ 的排出孔。宽槽挤出喷嘴构成为超柔性唇 (见 EP-A 367 022)。

[0094] 挤出喷嘴的内表面在唇区域内是被抛光的, 从而达到 $0.002\ \mu\text{m}$ 的 R_a 、 $0.015\ \mu\text{m}$ 的 R_z 和 $0.025\ \mu\text{m}$ 的 R_{max} 。挤出喷嘴的内表面设有 $15\ \mu\text{m}$ 的镍和 $5\ \mu\text{m}$ 的 CrN 的双涂层。

[0095] 喷嘴唇在出口区域内的半径在大约 $100\ \mu\text{m}$ 至 $200\ \mu\text{m}$ 之间并且具有一个在宽度上 $\pm 50\ \mu\text{m}$ 的半径均匀度。

[0096] 与宽槽挤出喷嘴的排出孔相距 25mm , 中心定位一个冷却辊。冷却辊具有 400mm 的直径并且具有 700mm 的宽度。辊表面具有根据 DIN 4768 的 $\leq 0.003\ \mu\text{m}$ 的粗糙度 R_a 以及小于 $0.25\ \mu\text{m}$ 的 R_{max} 。辊具有 $\leq 3\ \mu\text{m}$ 的同轴度精度。

[0097] 挤出喷嘴在挤出喷嘴的排出孔的左右两侧的两点处经由具有 $5\text{cm} \times 1\text{cm}$ 的横截面的钢型材支架与辊支架固定连接。

[0098] 冷却辊的温度在 100°C 至 130°C 之间调节, 优选 110°C 至 120°C 之间。

[0099] 熔体流的温度大约为 240°C 。熔体薄膜近乎在切向上靠到辊表面上并且以大约 180° 包围冷却辊。

[0100] 在熔体由喷嘴的出口处和与冷却辊的接触点之间的路径被包裹, 内部的温度大约为 120°C 。包裹件可以被加热或填充保护气体气氛例如被加热的且过滤的 (100 级洁净空间) 氮气。

[0101] 在包围其余的辊之后, 薄膜带的厚度通过一个横向设置的无接触的测量系统测定并且借助于电子处理的信息和热膨胀系统调节喷嘴的熔体分布。

[0102] 比较示例 1

[0103] 比较示例 1 与示例 1 的区别在于, 在辊支架和挤出喷嘴之间不存在固定连接。

[0104] 示例 2

[0105] 示例 2 与示例 1 的区别在于, 挤出喷嘴在挤出喷嘴的排出孔左右两侧的两点处经由压电促动器与辊支架连接。压电促动器经由一个整合入光学的间距测量装置中的调节回路控制并且抑制挤出喷嘴的排出孔和冷却辊 (冷却辊) 之间的间距变化。

[0106] 示例 3

[0107] 示例 3 与示例 2 的区别在于, 喷嘴唇的半径在出口区域内大约为 $25\ \mu\text{m}$ 并且在宽度上具有 $\pm 1\ \mu\text{m}$ 的半径均匀度 (尖锐的边缘)。

[0108] 在比较例 1 和示例 1 至 3 中所包含的薄膜的相关的测量参数借助于冲裁的、圆形的、具有 12cm 直径的表面件确定并且在下面的表格中对照。

[0109]

	对比示例 1	示例 1	示例 2	示例 3
喷嘴和铸造辊之间的固定连接	-	+	+	+
固定连接 + 促动器	-	-	+	+
尖锐的边缘	-	-	-	+
薄膜厚度 (平均值, μm)	90	90	90	90
喷嘴和铸造辊之间的振动(μm)	60	24	5	4
光学的路径差异 (面内) (平均值, nm)	12	9	8	10
激光偏转 (角分)	0.9	0.5	0.5	0.4
厚度公差 $\Phi 12\text{cm}$ (%)	2	0.9	0.5	0.3
垂直的双折射	0.0003	0.0003	0.00029	0.00025

[0110] (-:无,+:有)

[0111] 附图标记清单

[0112] 10 挤出喷嘴

[0113] 20 熔体薄膜 / 薄膜

[0114] 30 冷却辊

[0115] 40 间距测量传感器

[0116] 50 辊支架

[0117] 60 刚性连接

[0118] 70 压电促动器

[0119] 80 间距

[0120] 90 调节装置

图 1

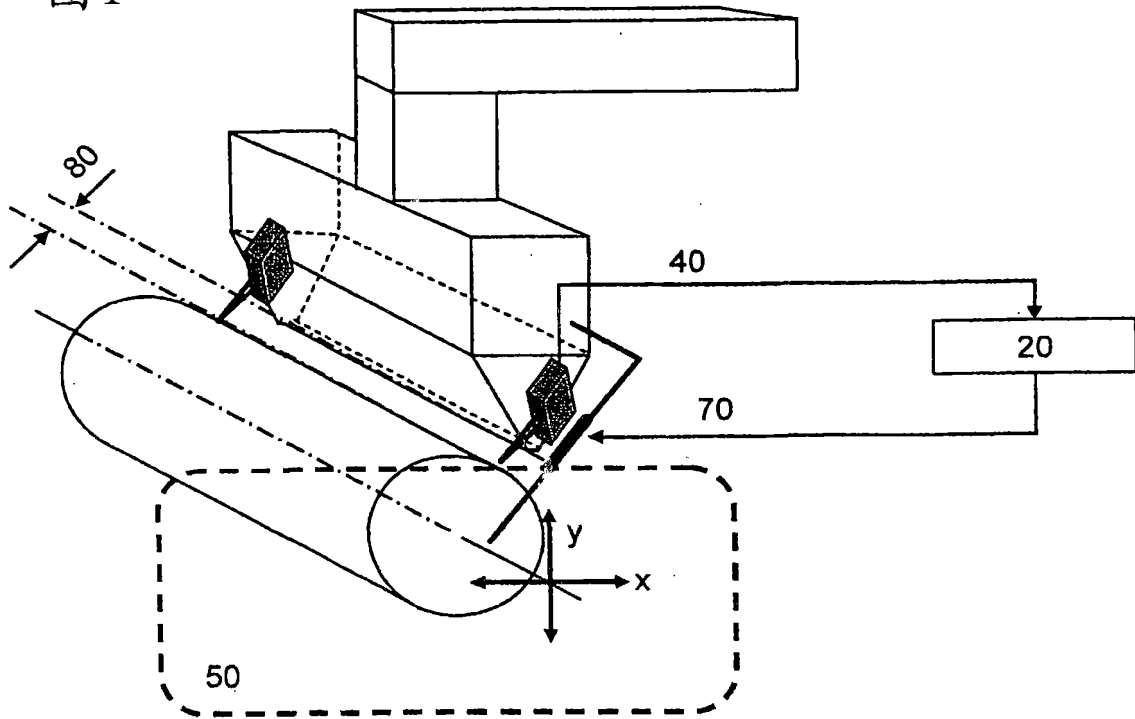


图 2

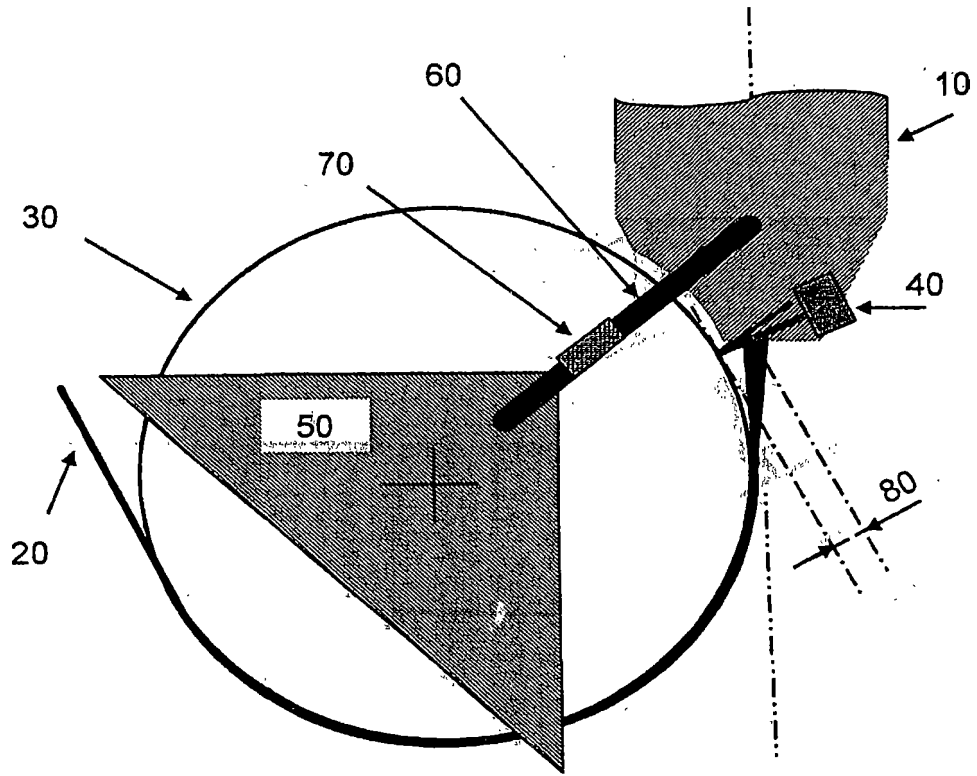


图 3

