

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号  
特許第6353362号  
(P6353362)

(45) 発行日 平成30年7月4日 (2018.7.4)

(24) 登録日 平成30年6月15日 (2018.6.15)

(51) Int. Cl.

B 3 2 B 27/36 (2006.01)

F I

B 3 2 B 27/36

請求項の数 10 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2014-524042 (P2014-524042)	(73) 特許権者	504284412
(86) (22) 出願日	平成24年8月1日 (2012.8.1)		トウレ プラスチックス (アメリカ)
(65) 公表番号	特表2014-525858 (P2014-525858A)		インコーポレイテッド
(43) 公表日	平成26年10月2日 (2014.10.2)		アメリカ合衆国 ロードアイランド州 ノ
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/049114		ース キングスタウン ベルバー アベニ
(87) 国際公開番号	W02013/019837		ュー 50
(87) 国際公開日	平成25年2月7日 (2013.2.7)	(74) 代理人	100088214
審査請求日	平成27年7月31日 (2015.7.31)		弁理士 生田 哲郎
(31) 優先権主張番号	61/514,280	(74) 代理人	100100402
(32) 優先日	平成23年8月2日 (2011.8.2)		弁理士 名越 秀夫
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(72) 発明者	ジョン フィッチ
(31) 優先権主張番号	13/337,144		アメリカ合衆国 ロードアイランド州 O
(32) 優先日	平成23年12月25日 (2011.12.25)		2842 ミドルタウン イヴリン サー
(33) 優先権主張国	米国 (US)		クル 16

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 虹色光沢防止プライマー層を備えた光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

実質的に粒子を含まず光学的に透明なポリエステルのコア層と、  
（a）前記コア層の一方の面と直接接している、第1の外側層と、  
（b）前記コア層とは反対側で前記第1の外側層の面と直接接している、光学的に透明で、かつ、厚みが0.03～0.15 μmのプライマー層と、  
（c）場合により、前記第1の外側層とは反対側で前記コア層の面と直接接している、第2の外側層と、を備え、  
各外側層は、光学的に透明であり、それぞれが0.5～7 μmの厚さであり、それぞれがポリエステルマトリックス中に均一に分散した無機粒子を含み、  
前記プライマー層が、カルボジイミド架橋剤によって架橋されたポリエステルのマトリックス中に均一に分散した、逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子を、0.25重量%以上で、2.5重量%以下の量、含むことを特徴とし、  
該逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子は、（i）非芳香族有機ポリイソシアネートと非芳香族有機ポリオールを反応させてポリウレタン・ポリマーを形成し、（ii）中和剤（例えば、三級アミン）を水に加えて水溶液を形成し、次に、（iii）該ポリウレタン・ポリマーを該中和剤水溶液に加えて分散させるプロセスで形成されることを特徴とする、  
複合フィルム。

【請求項 2】

前記第 1 の外側層とは反対側で前記プライマー層の面と直接接している、光学的に透明な保護層を更に備えることを特徴とする請求項 1 に記載の複合フィルム。

【請求項 3】

前記保護層は、アクリル系ポリマーを 50 重量%を超えて含むことを特徴とする請求項 2 に記載の複合フィルム。

【請求項 4】

前記保護層は、有機溶媒から塗布されたアクリル系ポリマー層を含むことを特徴とする請求項 3 に記載の複合フィルム。

10

【請求項 5】

前記複合フィルムが最大 3 %のヘイズを示すような濃度で、前記ポリウレタン粒子が前記プライマー層中に存在することを特徴とする請求項 4 に記載の複合フィルム。

【請求項 6】

蛍光照明下で実質的に虹色を呈さないことを特徴とする請求項 4 に記載の複合フィルム。

【請求項 7】

光学的に透明でかつ虹色を呈さない複合フィルムを製造する方法であって、該方法は、  
(A) 水中に溶解したカルボジイミド架橋剤を含んだ主に水性の媒体中に、1 ~ 100 nmの範囲にあるサイズの逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子、及び 100 よりも低い軟化点を有するポリエステル樹脂のポリエステルバインダー粒子を含む、分散液を準備する工程であって、

20

該逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子は、(i) 非芳香族有機ポリイソシアネートと非芳香族有機ポリオールを反応させてポリウレタン・ポリマーを形成し、(ii) 中和剤(例えば、三級アミン)を水に加えて水溶液を形成し、次に、(iii) 該ポリウレタン・ポリマーを該中和剤水溶液に加えて分散させるプロセスで形成されることを特徴とする工程と、

(B) 1 ~ 500  $\mu\text{m}$ の範囲にある厚さのポリエステルフィルムのコア層を含み、UV 光吸収剤組成物を 0.1 ~ 2 重量%含む、基層を準備する工程と、

30

(C) 前記基層の一方の面に前記分散液の湿潤コーティングを堆積させる工程と、

(D) 前記基層及び前記湿潤コーティングを効果的に加熱し、(i) ポリエステルバインダーを軟化させ、(ii) 主に水性の媒体の揮発性成分を実質的にすべて蒸発させ、(iii) 前記架橋剤を活性化することによって、前記基層の一方の面に接する透明なフィルムであって固化されたプライマー層の光学的に透明なフィルムを形成する工程と、を含み、

前記湿潤コーティングが、前記基層上に、0.03 ~ 0.15  $\mu\text{m}$ の範囲にある前記固化されたプライマー層の厚さを生じさせるのに有効な量で存在し、かつ、該固化されたプライマー層は逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子を、0.25 重量%以上で、2.5 重量%以下の量、含む

40

ことを特徴とする方法。

【請求項 8】

前記基層を準備する工程が、厚さが 0.5 ~ 7  $\mu\text{m}$ でポリエステルマトリックス中に均一に分散した無機粒子を含む第 1 の外側層を準備する工程を更に含み、前記第 1 の外側層が、前記プライマー層を担持する前記基層の一方の面とは反対側で前記コア層の面と直接接することにより前記コア層及び前記第 1 の外側層が全体として前記基層を画定することを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

50

## 【請求項 9】

前記基層を準備する工程が、厚さが  $0.5 \sim 7 \mu\text{m}$  で、場合によりポリエステルマトリックス中に均一に分散した無機粒子を含む第 2 の外側層を準備する工程を更に含み、前記第 2 の外側層が、前記第 1 の外側層とは反対側で前記コア層の面と直接接することにより前記コア層、第 1 の外側層及び第 2 の外側層が全体として前記基層を画定することの特徴とする請求項 8 に記載の方法。

## 【請求項 10】

(E) アクリル系ポリマー、硬化開始剤、及び前記アクリル系ポリマーを溶解するのに有効な量の有機溶媒を含んだ溶液を準備する工程と、

10

(F) 前記基層とは反対側の前記プライマー層の面に、前記溶液の均一な厚さの溶媒湿潤コーティングを配置する工程と、

(G) 溶媒湿潤コーティングを効果的に加熱して、有機溶媒の揮発性成分を実質的にすべて蒸発させることによって、前記プライマー層に接する、固化されたアクリル系ポリマーの保護層を有する光学的に透明なフィルムを形成する工程と、を更に含み、

前記アクリル系ポリマーは、前記プライマー層の 50 重量%を超えることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

20

## 【技術分野】

## 【0001】

本開示は、概して、高湿度環境などの過酷な条件下であっても、プライマー層上のアクリル系コーティング材料に対して優れた接着特性を有する、少なくとも 1 つのプライマー層を備えた光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルムに関する。このポリエステルフィルムは、硬質コーティングなどのアクリル系材料がコーティングされた後では、虹色を呈することも低減する。このポリエステルフィルムは、UV 遮断特性及び耐候特性を付与することも可能であり、窓用フィルム、ディスプレイ用フィルム、外側透明ラベル、外側標識及び光起電の用途に好適に使用することができる。

## 【背景技術】

30

## 【0002】

二軸配向ポリエステルフィルムの商業的及び技術的に重要な用途は、食品包装、印刷媒体、電気絶縁体、光学用途及び他の工業的用途などの多くの物品の構成要素になることである。二軸配向ポリエステルフィルムの熱的安定性、寸法安定性、耐薬品性、比較的高い表面エネルギー、光学的透明性、並びに費用対効果は、典型的な最終用途に有益である。光学的透明性に関しては、二軸配向ポリエステルフィルム (biaxially oriented polyester film) は、例えば、窓用フィルム、ディスプレイ部品、タッチスクリーン、ひさし、ゴーグル及びサングラスを含む眼鏡、レンズ、日焼け止め、ラベル及び光起電材料などの光学製品の基材として、使用することができる。通常、用途は、二軸配向ポリエステルフィルム上に光学的に透明なアクリル系コーティング材料

40

## 【0003】

二軸配向ポリエステルフィルム及びアクリル系コーティングはそれぞれ、光学的に透明であるが、アクリル系材料 (acrylic material) でコーティングされた二軸配向ポリエステルフィルムの複合フィルムは、有害な光学特性を有する場合がある。例えば、フィルムは、過度の虹色光沢を示す場合がある。アクリル系コーティング材料の屈折率 (「RI」) は、二軸配向ポリエステルフィルム、例えば、約 1.66 の二軸配向ポリエチレンテレフタレート (PET) フィルムの RI と異なる場合がある。これらの屈折率の相違により、アクリル層とポリエステル層との間の表面から反射する光線の光干渉が生じる。この干渉は、アクリル系材料でコーティングされたポリエステルフィルムの分光

50

反射率によって、波状の虹色光沢の外観を生じる。蛍光灯の分光は、アクリル系材料でコーティングされたポリエステルフィルムの波状分光反射率に干渉する発光のシャープな分布を有するため、アクリル系材料がコーティングされたポリエステルフィルム上の虹色光沢は、蛍光灯の分光下で非常に明確である。

#### 【 0 0 0 4 】

光が散乱するので、フィルムが不透明である場合、虹色光沢は低減されるか又は発生しない。不透明なフィルムは、多くの光学的に透明な最終用途に望ましくない。さらに、白熱灯の代わりに、蛍光灯の使用により、十分な省エネの取組みが増加している。したがって、アクリル系材料でコーティングされたポリエステルフィルムの虹色光沢は、フィルムを介して視界を歪めるか若しくは遮るか、又はフィルムを備えた物品の所望の美観を損なう場合がある。よって、虹色光沢の低減能の重要性が増している。

10

#### 【 0 0 0 5 】

アクリル系材料でコーティングされたポリエステルフィルムに関する別の問題は、アクリル系材料の層とポリエステル層との間の接着である。一般に、二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステルがかかるアクリル系材料コーティング層に接着することを困難にさせる、高度な結晶化表面を有する。このような欠点を克服するために、ポリエステルとアクリル系ポリマー層との間にプライマー層を使用して、接着性を改善させることもある。

#### 【 0 0 0 6 】

「表面保護用透明積層フィルム」という表題の、横田 直 (YOKOTA SUNAO) らによる特開 2 0 0 4 - 2 9 9 1 0 1 号公報は、二軸配向ポリエステルの厚さ 1 0 ~ 2 5 0  $\mu\text{m}$  の基層と、少なくとも 9 0 % の光透過率を提供するアクリル系ポリマーの厚さ 3 ~ 2 0  $\mu\text{m}$  の硬質コーティングとを有する、透明複合フィルムに関する。このフィルムは、傷又はその他の損傷から物品を保護するために、例えば、フラットパネルディスプレイ部材、銘板、窓などの物品の表面に積層するためのものである。

20

#### 【 0 0 0 7 】

横田 (Yokota) らの米国特許出願公開第 2 0 0 8 / 0 0 3 8 5 3 9 号明細書には、ポリエステル基層を形成する外側層の間に挟まれたコア層を有する、複合フィルムが開示されている。虹色光沢防止材料 (anti-iridescent material) を含有するコーティング層は、ポリエステル基層の一方の面を被覆し、アクリル系コーティングは、虹色光沢防止コーティング層 (anti-iridescent coating layer) 上に配設される。米国特許出願公開第 2 0 0 8 / 0 0 3 8 5 3 9 号明細書には、R I 及びコーティング層の厚さを最適化して、分光反射率の波紋を生じる反射光の侵入を最小限にすることにより、虹色光沢防止を達成することが開示されている。

30

#### 【 発明の開示 】

#### 【 発明が解決しようとする課題 】

#### 【 0 0 0 8 】

しかしながら、これらの技術参考文献は、虹色光沢の少ない又は虹色光沢のない近代産業の必要性、及び水分の暴露などの非常に過酷な条件下におけるより強固な接着を満たしていない。上に開示されているフィルムは、特に、熱及び水分に暴露した後、基層への中程度の接着しか硬質コーティングに提供しないことが分かっている。

40

#### 【 課題を解決するための手段 】

#### 【 0 0 0 9 】

本発明は、主に、熱可塑性ポリエステル基層と、ポリエステル及びポリウレタン混合組成物のプライマー層とを有する、高度に光学的に透明な複合フィルムに関する。基層は、実質的に粒子を含まないポリエステルのコア層 B と、非ポリエステル有機粒子及び / 又は無機粒子を含有したポリエステルの外側層 A 及び C とを備える、A / B / C 層構造を有することが好ましい。プライマー層は、有機溶媒を含まず、かつ、カルボジイミド架橋剤を使用して架橋される溶液から、基層に塗布形成されることが好ましい。プライマー層と基層の複合体に、主にアクリル系ポリマーの保護層を積層して、例えば太陽光制御フィルム

50

を得ることができる。複合フィルム及び太陽光制御フィルムの種々の層は、UV遮蔽剤などの機能性添加剤の有効量を含有し得る。特に、カルボジイミドによる架橋と組み合わせたプライマー中のポリウレタンは、顕著に低減した虹色光沢、及び、湿った及び温暖な使用条件下においてポリエステルとアクリル層との間の接着耐久性を有する、アクリル樹脂でコーティングされたポリエステル系太陽光制御フィルムを提供する。アクリル保護層/プライマー/ポリエステル基層フィルムは、アクリル樹脂が有機溶媒溶液から塗布形成され、微量の有機溶媒がアクリル保護層中に含まれる場合であっても、剥離、剥がれ及び欠けに抵抗する。

【図面の簡単な説明】

【0010】

10

【図1】図1は、本発明の実施形態による複合フィルムの正面断面図である。

【図2】図2は、図1の複合フィルムと、本発明の別の実施形態による保護層とを含む、太陽光制御フィルムの正面断面図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の基本的な実施形態は、新規複合フィルム10の断面図を示す図1を参照して理解される。この複合フィルムには、基層5とプライマー層2とが含まれる。基層は、3つのサブ層、すなわち、コア層6、外側層4及び8から形成されるのが好ましい。コア層及び外側層はそれぞれ、主にポリエステルであり、「UV」（紫外線）遮断添加剤及び粒子などの他の成分を含み得る。図2に示す別の実施形態において、太陽光フィルム20には、主に、好ましくはアクリル系ポリマーの保護層9が含まれる。保護層9は、プライマー層2に接する複合フィルムに配置されている。

20

【0012】

本発明において、プライマー層は、プライマー層の主成分として高分子バインダーを含有する。高分子バインダーは、ポリエステル、アクリル樹脂、ポリウレタン又はこれらの混合物から選択することができるが、これらに限定されない。そのRIがポリエステル基層のRIに類似しており、このため、米国特許出願公開第2008/0038539号明細書に記載されているような方法で虹色光沢を低減するのに有用であるので、ポリエステルバインダーを選択することが好ましい。また、ポリエステルバインダーは、一般に、好ましい接着を提供する、ポリエステル基層と非常に適合性がある。ポリエステルバインダーの好ましい原料は、2%のプロパノール、Eastek（登録商標）1200（Eastman Chemicals Company社（King Sport, TN）製）という名称で市販されている水溶液中の、30%固形分の分散液である。このポリエステルは、0.34~0.42のインヘレント粘度、63のガラス転移温度（Tg）及び65の軟化点を有する。

30

【0013】

プライマー層2中の、非常に小さなポリウレタン粒子、特に逆合成された脂肪族型ポリウレタンが、優れた虹色光沢除去を提供することが発見された。特定の理論により拘束されることを望むわけではないが、ポリウレタン粒子の虹色光沢防止成分が、フィルムに入射する光を散乱すると考えられている。虹色光沢除去能は非常に効果的である。したがって、ヘイズを顕著に増加させることなく、アクリル系ポリマーでコーティングされたポリエステルフィルムで通常みられる虹色光沢は、低減されるか又は実質的に完全に防止される。よって、プライマー層におけるポリウレタン粒子の使用は、虹色光沢を制御し、優れた光学的透明性を維持し、このため、米国特許出願公開第2008/0038539号明細書などの先行技術に記載されている従来の虹色光沢防止技術とは異なる。

40

【0014】

複合フィルムにおける虹色光沢の低減に対する従来のアプローチは、屈折率整合技術を利用する。アクリル系材料及び二軸配向ポリエステルフィルム基層の屈折率は、明らかに異なる。上述したように、屈折率の相違により虹色光沢が生じる。2つの層のRIと一致し、これらのRIを補完する、RIを有したプライマー組成の選択は、異なる屈折率の影

50

響を除去することにより、虹色光沢を低減することができた。

【0015】

本発明によるポリウレタンの低い虹色光沢が、屈折率整合ではなく、又はこれと組み合わせ（ヘイズを増加させることなく）、光散乱現象によって生じることが考慮される。ポリウレタンが、十分な虹色光沢防止能を提供する、フィルム全体の優れた光学的透明性を可能にするのに十分に低い粒子サイズ及び濃度で利用することができるので、このことは顕著である。この理論の意味には、プライマー層におけるポリウレタン微粒子の分散を、基層材料とオーバーコート層材料の多種多様な組合せで、虹色光沢を低減するのに利用できることが含まれる。さらに、屈折率整合の組合せが好ましい場合があるが、低い虹色光沢は、他の複合フィルム層の屈折率を補完する特定の屈折率を有するように、プライマー層を制限することなく得ることができる。

10

【0016】

好ましい虹色光沢低減成分のポリウレタン粒子は、逆合成された脂肪族ポリウレタンである。「逆合成された脂肪族ポリウレタン」という用語は、ポリウレタンが、(i) 非芳香族有機ポリイソシアナートと非芳香族有機ポリオールとを反応させて、ポリウレタンポリマーを生成し、(ii) 第三級アミンなどの中和剤を水に加えて、水溶液を生成し、次いで、(iii) ポリウレタンポリマーを加えて、中和剤水溶液中に分散させる、工程によって生成されることを意味する。好ましい逆合成されたポリウレタン材料は、Neorez R1010 (DSM Neorelins B.V. 社 (Waalwijk, Netherlands) 製) という名称で市販されている。

20

【0017】

逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子の使用が、光学的に透明な太陽光制御フィルムの複数の重要な性能パラメータと良好な相互関係を有することを理解する必要がある。虹色光沢をほとんど呈さないか又は示さないことに加えて、これらのフィルムは、耐久性において高い凝集力を有し、高度に透明であることが要求される。これらの特性はすべて、適切な割合の高分子バインダー及びカルボジイミド架橋剤とともに、プライマー層に利用されたこれらのポリウレタン粒子によって達成することができる。高分子バインダーは、構造的完全性を提供し、ポリウレタン粒子の分散相のマトリックスとして機能する。架橋剤は、バインダーを硬質ネットワークに変換する。バインダー又は架橋剤が少なすぎると、プライマーは非常に弱く、基層に対して保護層を恒久的に固定することができない。剥離が生じる場合がある。ポリウレタン粒子は、望ましくない虹色光沢を除去する。逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子が少なすぎると、虹色光沢が生じる場合がある。逆に、バインダーが多すぎると、ポリウレタン若しくは架橋剤又はプライマー層は非常に厚くなり、フィルムは、過度に不透明になり、このため、光学的又は太陽光制御フィルムの有用性が不適切になる場合がある。本開示の説明及び実施例は、本発明を成功裏に実行する、プライマー成分の相対量を選択するための手引きを提供する。当業者であれば、本明細書に示す原理に従って、プライマー成分の割合及びプライマー層の厚さを調節し、不要な実験をすることなく、本発明を効果的に応用することができる。

30

【0018】

プライマー層内のポリウレタン粒子の所望の粒子サイズは、約1nm～約100nm、好ましくは約1nm～約60nmである。粒子サイズが100nmよりも大きい場合、コーティングされたフィルム表面は、粒状の外観を示し得る。さらに、ヘイズ値は、コーティングされたポリエステルフィルム（すなわち、ベース層/プライマー/アクリル系ポリマー層複合体）において3%未満の所望限界を超え、これによって、光学的透明性が低下し得る。粒子径が1nm未満である場合、虹色光沢防止特性が得られないことがある。

40

【0019】

プライマー層中のポリウレタン粒子の含量は、少なくとも約0.2重量%、好ましくは少なくとも約0.25重量%、より好ましくは約0.3重量%であり得る。この含量が約0.2重量%未満である場合、虹色光沢を効果的に低減するか又は除去するのに十分な粒子はないと考えられる。プライマー層には、最大約2.5重量%、好ましくは最大約2重

50

量%、より好ましくは最大約1.5重量%のポリウレタン粒子が存在し得る。この含量が約2.5重量%を超える場合、コーティングされたフィルム表面は、3%未満のヘイズ値を超え、これによって、光学的透明性が低下し得る。ウレタン粒子は、好ましくは均一にプライマー層内に分散している。プライマー層は、一貫した乾燥コーティング重量及び厚さであるとともに、ヘイズ値を有する光学的に透明なコーティングを提供するのに十分に適切な非凝集分散粒子である必要がある。本発明のプライマー層でコーティングされた基層(すなわち、アクリル系ポリマー層のないもの)は、4%未満のヘイズ値を有する。プライマー層の好ましい厚さは、約0.03~0.15 $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.07~0.12 $\mu\text{m}$ である。この厚さが0.03 $\mu\text{m}$ 未満である場合、所望の接着性及び虹色光沢防止効果が得られないことがある。厚さが0.15 $\mu\text{m}$ を超える場合、プライマーの存在は、全体的な光学的透明性を損なうことがあり、所望の虹色光沢防止効果が得られないことがある。

10

#### 【0020】

本発明の別の実施形態として、プライマー層の強化、及びプライマー層を架橋することによるポリエステルフィルム層とアクリル系ポリマー層との間の結合を提供することが非常に好ましい。架橋は、恒久的に硬質であるネットワーク構造体に、プライマー層の高分子バインダー成分を形成することにより、プライマー層を強化する。また、架橋は、高分子バインダーとポリエステル基層との間の化学結合も生じる。架橋は、湿潤プライマー層から溶媒を乾燥するとき及び/又は乾燥させた後に、行うことができる。通常、プライマー組成物に架橋剤を加えて、反応を触媒する。例えば、カルボジイミド、メラミン、アジリジン、グリオキサール、オキサゾリン及びこれらの混合物といった、ポリウレタンとポリエステルとを反応させる多くの従来の架橋剤を使用してもよい。

20

#### 【0021】

カルボジイミド架橋剤が優れた接着剤強度を提供し、ポリウレタン/ポリエステルバインダー混合物によって得られる虹色光沢防止特性を非常に効果的に維持することが分かった。カルボジイミドは、化学式 $R_1N=C=NR_2$ (式中、 $R_1$ 及び $R_2$ は、水素又は炭化水素基である。)を有する。カルボジイミド(carbodiimide)架橋剤を使用することの更なる利点には、フィルム層の接着結合の改善、有用なポットライフ、低い毒性、耐薬品性の改善及び周囲条件での架橋が含まれる。好ましいカルボジイミド架橋剤は、Solucote(登録商標)XL1(DSM Neoresins B.V.社(Waalwijk, Netherlands)製)である。架橋剤は、プライマーコーティング液に加え、均一な濃度になるまで混合されることが好ましい。プライマー層中の架橋剤の好ましい含量は、約1~5重量%、より好ましくは約2~3重量%である。この含量が1重量%未満である場合、有機溶媒耐性、無機溶媒耐性及びプライマー層に必要な接着強度が達成されない。含量が5重量%を超える場合、過度の架橋により、4%を超える基層/プライマー層フィルムのヘイズ値が生じ、これによって、光学的透明性が低下し得る。

30

#### 【0022】

逆合成された脂肪族ポリウレタン分散物及び架橋剤は、あらかじめ選択された適切な比率で、高分子バインダー分散液と混合され、プライマーコーティング液が生成される。コーティング液を、例えば、浸漬コーティング、ドクターリング、噴霧、ロッドコーティングなどの従来のコーティング法によって、基層の表面に塗布することができる。ロッドコーティングが好ましい。塗布後、プライマーコーティング液は、加熱及び低湿度通風によって乾燥させ、液体分散媒体(主に水)を除去し、ポリエステル基層上にプライマー層の固形分を残す。かかるコーティング工程は、二軸配向ポリエステルの製造後、又は二軸配向ポリエステルの製造と連続して(すなわち、並行して)、行うことができる。インライン法が、コーティングの工程数及びコストを低減するために好ましい。

40

#### 【0023】

二軸配向ポリエステルの基層を形成するのに適したポリエステルの例は、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリブチレ

50

ンテレフタレート (PBT)、ポリエチレンイソフタレート (PET) 及びこれらの混合物又は共重合体である。好ましいポリエステルは、コストと性能の十分なバランスから、PETである。

【0024】

二軸配向ポリエステルフィルムの基層は、単層構造又はA/B、A/B/A又はA/B/Cなどの多層構造を有し得る。A/B/A又はA/B/C構造は、コア層Bが実質的に粒子を含まないポリマー層であり、層A及びCがそれぞれ独立して、有機粒子及び/又は無機粒子を含有し得るものであることが好ましい。コア層Bは、最大約3%、より好ましくは最大2%のヘイズ値の好ましい光学的透明性を達成する粒子を含有する必要がない。本明細書中に組み込まれる米国特許出願公開第2008/0038539号明細書に開示されているように、外側層A及びCは、有機粒子及び/又は無機粒子などの所望のスリッ

10

【0025】

二軸配向ポリエステルフィルムの厚さは、概して1~500µmであり、好ましくは5~350µmである。10~50µmのフィルム厚さは、太陽光窓用フィルム (solar window film) の用途など、一部の用途に好ましいと考えられる。

【0026】

二軸配向ポリエステルフィルムは、連続配向又は同時配向などのいずれかの従来法によって製造することができる。製造工程の例において、原料ポリエステルペレット及び添加剤は、混合押出機などの溶解加工機に供給される。添加剤を含む溶融材料は、スロットダイを通して押し出され、実質的に非晶質フィルムの形態で、冷却ロール上で急冷される。その後、フィルムは、再加熱され、縦方向及び横方向に若しくは横方向及び縦方向に、又は縦方向に、横方向に、更に縦方向及び/又は横方向に配向することができる。配向時の温度は、概して、約10~60のフィルムポリマーのTgよりも高い。縦方向の配向比率は、2~6が好ましく、より好ましくは3~4.5である。横方向の配向比率は、2~5が好ましく、より好ましくは3~4.5である。いずれかの第2の縦方向又は横方向の配向は、1.1~5の比率で実行されることが好ましい。また、第1の縦方向の配向は、横方向の配向 (同時配向) として同時に実行されてもよい。フィルムの加熱設定は、約180~260、好ましくは約220~250のオープン温度で行うことができる。その後、フィルムを冷却し、巻き取ることができる。

20

30

【0027】

二軸配向ポリエステルフィルムは、UV安定剤、耐加水分解剤、蛍光増白剤、難燃剤、酸化防止剤などの他の添加剤を含有し得るが、これらに限定されない。特に、太陽光窓用フィルム又は光起電の用途などの屋外用途では、ポリエステルフィルムに、フィルム自体を保護する、及び/又はUV光からフィルムの背面に物品を保護する、UV安定剤を含有することが好ましい。本明細書に使用する、「UV遮蔽剤」、「UV遮光添加剤」、「UV安定剤」、「UV吸収剤」、「UV剤」などの種々の用語は、基層上の紫外線入射の影響を制御する、基層に含まれる成分を指すものと同義的に解釈される。

【0028】

好ましいUV吸収剤としては、2-ヒドロキシベンゾトリアゾール、ベンゾオキサジノン及びトリアジンが挙げられる。より好ましいUV吸収剤は、耐候性及びUV耐性の点から、2,4-ビス-ピフェニル-6-[2-ヒドロキシ-4-(2-エチル-ヘキシロキシ)フェニル]-1,3,5-トリアジンである。UV吸収剤の含量は、0.1~2重量%であり得る。0.1重量%未満では十分に有効でなく、2重量%を超えると、ヘイズ、黄色の着色が増加し、フィルムの機械的性質に影響し、そして、望ましくないガス状副産物の発生、及びUV吸収剤の表面への移動 (すなわち、「乳白化」) の発生などの加工問題が発生する場合がある。好ましくは、ポリエステルフィルムには、0.1~2重量%、より好ましくは0.5~1.5%の範囲のUV吸収剤が含まれる。

40

【0029】

本発明のプライマーを備えた二軸配向ポリエステルフィルムは、上述し、図2で理解さ

50



れるように、アクリル系ポリマーのコーティングが堆積される基材として使用することができる。アクリル系ポリマー層は、光学的に透明であり、主に、本発明の所望の用途が供給時に暴露され得る環境条件からの物理的及び化学的作用に対する、硬質で強力な衝撃耐性障壁を提供することが好ましい。すなわち、かかる保護層は、フィルムの傷、へこみ、水分、大気中の汚染物質、汚れに対する損傷を低減し、露出したフィルム表面を洗浄及び拭取りにより清浄化することができる。アクリル系ポリマー層の好ましい厚さは、2～5 μmである。5 μmを超えるコーティング層の厚さは、屈折率に悪い影響を及ぼし、虹色光沢が生じる場合がある。厚さが2 μm未満である場合、アクリル系ポリマー層の耐薬品性が減少する場合がある。

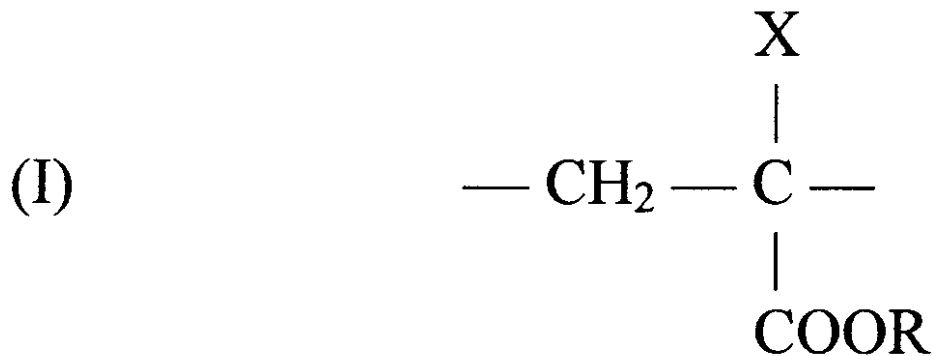
【0030】

10

本発明の保護層のアクリル系ポリマーは、アクリル酸の誘導体又は置換アクリル酸である、繰返し単位を有する。すなわち、アクリル系ポリマーは、次に示す式(I)の重合単位を含むポリマーである。

【0031】

【数1】



20

【0032】

30

式中、アクリル酸誘導体において、XはHであるか、又はアルキルアクリル酸誘導体において、Xはアルキル基であり、例えば、メタクリル酸誘導体では、XはC H<sub>3</sub>である。通常、Rは、アルキル基、グリシジル基又はヒドロキシアルキル基である。代表的なアクリル系ポリマーとしては、ポリメチルメタクリレート、ポリエチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリグリシジルメタクリレート、ポリヒドロキシエチルメタクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリエチルアクリレート、ポリブチルアクリレート、ポリグリシジルアクリレート、ポリヒドロキシエチルアクリレート及びこれらの混合物が挙げられる。大部分がアクリル系ポリマーの保護層は、通常、最大約1.54の屈折率を有し、約1.48～約1.54の屈折率を有することが多い。

40

【0033】

アクリル系ポリマー層には、特定の目的により、機能性添加剤が含まれていてもよい。一般的な添加剤としては、抗酸化剤、耐衝撃性改良剤、界面活性剤、遮光添加剤などが挙げられる。太陽光制御フィルムなどの所望の用途のアクリル層は、遮光添加剤、特にUV遮光材料を含有していることが好ましい。添加剤は、通常、アクリル系ポリマー層の光学的透明性を下げないように、少量含まれている。通常、アクリル系ポリマー層は、全体で約1重量%未満の添加剤を含有している。

【0034】

コーティングされたポリエステルフィルムは、光の選択波長の透過を遮断し、吸収し、及び/又は、更にこの透過に抵抗することによって、太陽光制御機能を提供するために、

50

製品に配置されることが多い。これらの現象を、まとめて、これ以降、「遮光」と称することもある。紫外線遮光は、コーティングされたポリエステル系太陽光制御フィルムの重要な有用性である。最も望ましいポリエステルであるPETは、単独ではあまり紫外線（「UV」）光の透過に抵抗しない。UV遮蔽剤は、通常、複合フィルムのPETコア層上に、効果的なUV遮光材料のコーティングを配置することによって、改善される。かかる材料の例は、ポリマーコーティング、例えば、均一に分散したUV遮光組成物を含有するアクリル系ポリマーなどの硬質コーティングである。また、硬質コーティングは、強化された耐衝撃性、耐摩耗性、並びに、へこみ、傷及びこれらと同様の環境的作用からの損傷の危険性を低下させる同様の特性により、PET基層を物理的に保護する。

#### 【0035】

10

本発明の一実施形態において、アクリル系ポリマー層には、UV遮光材料が含まれる。この場合、アクリル系ポリマー層は、概して、約60重量%の、好ましくは約80重量%を超える、より好ましくは約95重量%を超える、最も好ましくは約98重量%を超えるアクリル系ポリマーと、0～約2重量%の、好ましくは約0.05～1重量%の、より好ましくは約0.1～0.5重量%の、最も好ましくは約0.2～0.4重量%の紫外線遮光成分とを含む。

#### 【0036】

アクリル系ポリマーは、有機溶媒中に溶解したアクリル系ポリマーの溶液から、プライマー層に塗布することができる。有機溶媒は、積層後に、アクリル系ポリマーから実質的に完全に除去されるが、微量の溶媒は、アクリル系ポリマー層に残留し得る。「微量」とは、1重量%未満の非常に少ない量を意味し、基本的な化学分析法によってわずかに検出可能である。一般に、プライマー層中の組成物は、有機媒体中で可溶である。時間の経過とともに、隣接するアクリル系ポリマー層中の非常にわずかなが有限の残留溶媒は、プライマー層を弱める場合がある。環境使用条件下で熱及び湿気に暴露した後、弱められたアクリル系ポリマー層の割れ及び剥がれが生じる場合がある。光学的に透明な太陽光制御フィルム上に、有機溶媒から塗布形成されたアクリル系ポリマー層に接着するためのシステムは、産業において非常に必要である。したがって、プライマー層の優れた有機溶媒耐性も望まれ、これは、上述した架橋剤によって達成される。

20

#### 【0037】

アクリル系ポリマー層は、種々の公知の方法によって二軸配向ポリエステルフィルムに積層することができる。「積層する」という用語は、複合構造を形成する層の一般的な恒久的結合を意味するように、本明細書中に使用され、いかなる特定の方法にも限定されない。例えば、アクリル系ポリマー層はシートとしてあらかじめ形成し、熱及び圧力を使用して、プライマー層上に積層することができる。また、アクリル系ポリマーは、プライマー層上に押し出すこともできる。好ましくは、アクリル系ポリマーは、溶液からプライマー層上に堆積することができる。溶液の塗布方法の例としては、ドクターリング、噴霧、塗装、浸漬及びロッドコーティング法が挙げられる。溶液の塗布後、溶媒は、熱処理及び/又は真空処理などの従来の方法によって除去される。本発明のアクリル系ポリマー層を作製するのに好ましい材料は、アクリル系ポリマーと、メチルエチルケトン及びイソプロピルアルコール溶媒中のUV硬化開始剤溶液である。硬化開始剤は、UV光への露光によって活性化することができるものである。

30

40

#### 【0038】

理想的には、溶媒はすべて除去され、乾燥された、例えば、太陽光制御フィルム又はタッチスクリーンなどのディスプレイ用フィルム用のアクリル系ポリマーの硬質コーティングが残る。溶媒除去工程の後の、見掛け上乾燥したアクリル系ポリマー層中に残留する微量の溶媒は、異常ではない。本発明によるプライマーは、かかる微量の残留溶媒の存在下において、可溶化作用に抵抗することができる。このように、アクリル系ポリマー層とポリエステル基層との間の恒久的で強力な結合を形成することができる。したがって、アクリル系ポリマー層は、時間の経過による基層からの割れ、欠け、剥がれ及び剥離に抵抗する。

50

## 【 0 0 3 9 】

本発明の考慮される実施形態には、次に示すものが含まれる。

1．虹色光沢防止プライマー層を備えた光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルムであって、二軸配向ポリエステルフィルムは、(A)プライマー層の主成分としての高分子バインダーと、(B)虹色光沢低減成分としての、0.1～1.5重量%の逆合成された脂肪族ポリウレタン粒子と、(C)少なくとも1つの架橋剤と、を含み、ポリエステルフィルムのヘイズが4%以下である。

2．高分子バインダーがポリエステルである、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

3．プライマー層の厚さが0.03～0.15μmである、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

4．架橋剤が、カルボジイミド、メラミン、アジリジン、グリオキサール、オキサゾリン又はこれらの混合物から選択される、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

5．架橋剤がカルボジイミドである、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

6．少なくとも1つのUV吸収剤を更に含む、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

7．UV吸収剤が、2-ヒドロキシベンゾトリアゾール、ベンゾオキサジノン、トリアジン及びこれらの混合物から選択される、本発明の実施形態6．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

8．UV吸収剤が、2,4-ビス-ピフェニル-6-[2-ヒドロキシ-4-(2-エチル-ヘキシロキシ)フェニル]-1,3,5-トリアジンである、本発明の実施形態6．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

9．窓用フィルム、光学、ディスプレイ、ラベル又は光起電の用途の、本発明の実施形態1．に記載の光学的に透明な二軸配向ポリエステルフィルム。

10．本発明は、次の実施例を参照して更によく理解され、この実施例は、本発明の全範囲内における具体的な実施形態を示すことを意図するものである。

## 【 0 0 4 0 】

試験方法

ヘイズ：

フィルムのヘイズを、入射光から2.5°を超える散乱した透過光の割合を決定する、ASTM D1003に準拠して測定した。ヘイズを測定する適切な機器は、GARDNER HAZE-GARD PLUS No. 4725ヘイズメーター(BYK-Gardner USA社製)である。3%以下のヘイズ値は、許容可能と考えられ、2%以下が好ましい。

## 【 0 0 4 1 】

虹色光沢の外観検査：

プライマー層でコーティングされた基層複合フィルムの試料に、アクリル系ポリマー層をコーティングした。メチルエチルケトン中アクリル系ポリマー組成物とUV硬化開始剤の溶液を、No. 2.5メイヤーコーティングロッドを備えた複合フィルム試料上に引き込んだ。溶液でコーティングされた複合フィルムを、620,000ワット/m<sup>2</sup>(1平方インチ当たり400ワット)の紫外線放射領域に、0.25m/秒(50フィート/分)の速度で通過させ、硬化させることにより、アクリル系ポリマー組成物を固化(solidify)させた。コーティングされたフィルムを、黒色及び白色lanettaカード(9A)にテープで留めた。次いで、硬質コーティングの表面を、蛍光灯照明下で目視検査し、以下に示す基準に従って評価した。

評価1(良)：虹色光沢が観察されなかった。

評価2(可)：弱い虹色光沢が観察された。

評価3(不可)：強い虹色光沢が観察された。

## 【 0 0 4 2 】

アクリル系ポリマー層（硬質コーティング）接着性試験（噴霧試験）：

上述の虹色光沢防止外観検査方法に説明したとおりに、アクリル系ポリマー層でコーティングされた複合フィルムの12.7cm×25.4cmの試料を、およそ2.5cmの径のシリンダーに巻き取り、ペーパークリップで固定した。巻き取られたフィルムを、66（150°F）の温度に5分間、暴露させた。その後、シリンダーを広げて、フィルムの表面を目視検査し、以下に示す基準に従って評価した。

評価1（良）：観察した複合フィルムのアクリル系ポリマー層の変色はなく、観察した複合フィルムからアクリル系ポリマー層の分離はなかった。

評価2（可）：観察した複合フィルムのアクリル系ポリマー層の変色はあったが、観察した複合フィルムからアクリル系ポリマー層の分離はなかった。

評価3（不可）：観察した複合フィルムのアクリル系ポリマー層の変色があり、観察した複合フィルムからアクリル系ポリマー層の分離もあった。

## 【 0 0 4 3 】

アクリル系ポリマー層（硬質コーティング）接着性試験（煮沸試験）：

上述の虹色光沢防止外観検査方法に説明したとおりに、複合フィルムの12.7cm×25.4cmの試料に、アクリル系ポリマー層をコーティングした。アクリル系ポリマー層でコーティングされた試料を、5分間、熱湯（100℃）中に沈めた。その後、フィルムの表面を目視検査し、アクリル系ポリマー層の接着性についての噴霧試験と同様の基準に従って評価した。

## 【 0 0 4 4 】

アクリル系ポリマー層（硬質コーティング）接着性試験（テープ試験）：

上述の虹色光沢防止外観検査方法に説明したとおりに、複合フィルムの12.7cm×25.4cmの試料に、アクリル系ポリマー層をコーティングした。試料のアクリル系ポリマー層表面を、Scotch Brand 810接着テープに押圧し、テープに試料を接着した。テープを、テープに対して垂直方向及び平行方向に迅速に剥離した。試料及びテープを、テープへの硬質コーティングアクリル系ポリマー層の転写について、目視検査した。アクリル系ポリマー層のうちのいずれかがテープに転写した場合、その試料についての試験は不成功であった。

## 【 実施例 】

## 【 0 0 4 5 】

ここで、本発明を、その特定の代表的な実施形態の実施例によって説明し、特記しない限り、すべての部、割合及び百分率は重量によるものである。元来S I単位で得られない重量及び寸法のすべての単位は、S I単位に変換されている。

## 【 0 0 4 6 】

## 比較例 1

プライマー層による二軸配向ポリエステルフィルムの製造（インラインコーティング法）：

添加剤（additive）の4つのマスターバッチ組成物（MB-A～MB-D）を、個々に、表1に示す割合で、ポリエチレンテレフタレートと添加剤成分とを混合することによって調製した。MB-A、MB-B及びMB-Cを、PETの重合時に、反応塊に添加剤成分を添加することによって製造した。合成後、添加剤のマスターバッチ組成物とPETをペレット化した。二軸スクリュウ押出機に、PETペレット（インヘレント粘度0.65）と添加剤とを充填することによって、MB-Dを製造し、マスターバッチ組成物を溶融ブレンドし、次いで、ペレット化した。

## 【 0 0 4 7 】

【表 1】

表 1

	添加剤	添加剤の平均 粒子サイズ ( $\mu\text{m}$ )	添加剤の濃度 (重量%)
MB-A	$\text{CaCO}_3$	1.1	1.0
MB-B	$\text{AlO}_2$	0.1	1.5
MB-C	$\text{SiO}_2$	2.0	1.0
MB-D	UVA(*)	適用不可*	20

\*紫外線吸収剤 2,4-ビス-ビフェニル-6-[2-ヒドロキシ-4-(2-エチル-ヘキシロキシ)フェニル]-1,3,5-トリアジン

## 【0048】

ポリエステル基層フィルムの外側層の組成物を、表2に示す割合で、マスターバッチペレットと、インヘレント粘度0.6のPETペレットとを混合して製造した。次いで、ペレットの組合せを、100ppm未満の含水率になるまで乾燥させた後、押出機で熔融ブレンドした。

## 【0049】

## 【表2】

表 2

成分	(重量%)
PET	65
MB-A	22
MB-B	7
MB-C	2
MB-D	4

## 【0050】

4重量%のMB-Dペレット及び96重量%のPET（インヘレント粘度0.65）を混合し、100ppm未満の含水率になるまで乾燥させ、その後、押出機で乾燥ペレット混合物を熔融ブレンドすることによって、コア層を形成した。次いで、外側層及びコア層の熔融流れを、285の温度で、矩形の結合帯に連続して共押し出し、A/B/A多層熔融構造を形成した。多層熔融カーテンを、20のキャストイングドラム上で急冷し、基層フィルムを形成した。このフィルムを、ローラストレッチャーにより95でもとの

長さの 3 . 3 倍に延伸することによって、機械の方向に配向させた。

#### 【 0 0 5 1 】

プライマー層組成物の配合：

1 0 0 部当たり 1 9 . 3 重量部 ( 「 p p h 」 ) のポリエステルバインダー分散液と、 0 . 0 4 p p h のレベリング界面活性剤 ( l e v e l i n g s u r f a c t a n t ) と、 0 . 0 8 p p h の消泡性 ( a n t i f o a m ) 界面活性剤 / レベリング界面活性剤と、 0 . 1 4 p p h の水性シリカ粒子分散液と、 2 . 6 2 p p h の水性架橋剤分散液と、 7 6 . 7 p p h の脱イオン水とを組み合わせ、混合して、均一な組成物とすることによって、液体プライマー組成物を形成した。ポリエステルバインダー分散液は、2 % のプロパノール水溶液 ( E a s t e k ( 登録商標 ) 1 2 0 0 、 E a s t m a n C h e m i c a l s C o m p a n y 社 ( K i n g s p o r t , T N ) 製 ) 中の 3 0 重量 % 固形分のポリエステル粒子分散液であった。レベリング界面活性剤は、エトキシ化アセチレンジオール ( S u r f o n y l 4 4 0 ) であり、また、消泡性界面活性剤 / レベリング界面活性剤は、エトキシ化アセチレンジオール ( S u r f o n y l 4 2 0 ) であった。シリカ粒子分散液は、合成非晶質シリカ粒子 ( G r a c e 7 0 3 A 、 W . R . G r a c e C o . 社製 ) の 2 0 重量 % 水性分散液であった。架橋剤は、ポリカルボジイミド ( S o l u c o t e X L 1 、 D S M N e o R e s i n s B . V . 社 ( W a a l w i j k , N e t h e r l a n d s ) 製 ) の 4 5 重量 % 水性分散液であった。

#### 【 0 0 5 2 】

液体プライマー組成物を、基層フィルムの一方向の面にメイヤーロッドコーターによりコーティングした。プライマー溶液を、 $0 . 1 0 \text{ g / m}^2$  の基礎重量のプライマー層を作製するのに有効であると算出された約  $1 . 4 \text{ g / m}^2$  の割合の基層領域に堆積し、乾燥後、 $0 . 1 \mu\text{m}$  の厚さ及び 9 7 . 9 重量 % の架橋ポリエステルに堆積した。湿潤したコーティングフィルムを、あらかじめ 1 1 0 ° で加熱したオーブンに移し、1 1 0 ° でもとの幅の 4 . 0 倍まで横方向に配向させた。複合フィルムを 2 3 6 ° で熱固定し、チェーン駆動伸張具を使用して、弛張させた ( 5 % ) 。その後、完成したフィルムを巻き取った。二軸配向ポリエステルフィルムは、 $1 . 5 / 4 7 / 1 . 5 \mu\text{m}$  の A / B / A 厚さであった。このフィルムを、7 日間、周囲温度でエージングさせ、完全な架橋が生じた。

#### 【 0 0 5 3 】

上述のプライマー処理 ( p r i m e d ) ポリエステル系複合フィルム上でのアクリル系ポリマー層の塗布：

UV 硬化開始剤 ( c u r e i n t i a t o r ) を含有する、メチルエチルケトン ( M E K ) 系のアクリル系硬質コーティングを、サイズ No . 2 . 5 のメイヤーコーティングロッドを備えた、上述の基材ポリエステル複合フィルムのプライマー処理面に引き込んだ。溶液でコーティングされた複合フィルムを、 $6 2 0 , 0 0 0 \text{ ワット / m}^2$  ( 1 平方インチ当たり 4 0 0 ワット ) の紫外線放射領域に、 $0 . 2 5 \text{ m / 秒}$  ( 5 0 フィート / 分 ) の速度で通過させた。溶液から M E K を揮発させながら、放射線露光により、架橋剤でポリエステルバインダーを架橋させ、アクリル系ポリマーでコーティングされたポリエステルフィルム ( 上述の基材ポリエステルフィルム上に積層したアクリル系ポリマーの乾燥硬質コーティングを有する。 ) を製造した。

#### 【 0 0 5 4 】

上述のコーティングフィルムの試料を、接着性、ヘイズ及び虹色光沢防止外観検査に供した。分析結果を下の表 3 に示す。製品は、低い虹色光沢規格を満たしていなかった。

#### 【 0 0 5 5 】

##### 実施例 2

1 9 . 2 6 7 p p h のポリエステルプライマー分散液と、 0 . 0 4 p p h のレベリング界面活性剤と、 0 . 0 8 1 p p h の消泡性界面活性剤 / レベリング界面活性剤と、 0 . 1 4 4 p p h の水性シリカ粒子分散液と、 2 . 6 1 5 p p h の水性架橋剤分散液と、 0 . 3 2 9 p p h の水性ポリウレタン粒子分散液とからなるプライマー層の液体混合組成物を、 7 6 . 4 5 5 p p h の脱イオン水と組み合わせること以外は、比較例 1 の手順を繰り返し

10

20

30

40

50

た。水性ポリウレタン分散液は、逆合成された脂肪族ポリウレタン (Neorez R1010、DSM Neoresins B.V.社 (Waalwijk, Netherlands) 製) の約100nm未満サイズ粒子の32重量%固形分分散液であった。プライマー層の乾燥条件は、比較例1と同じであった。また、乾燥プライマー層の基礎重量も約0.10g/m<sup>2</sup>であり、乾燥プライマー層の厚さは約0.1μmであった。乾燥プライマー層の組成は、約96.5重量%の架橋ポリエステル、及び、分散した約1.5重量%の逆合成脂肪族ポリウレタン粒子であった。

#### 【0056】

上述のアクリル系ポリマーでコーティングされたポリエステルフィルムの試料を、接着性、ヘイズ値及び虹色光沢外観検査に供した。表3に示す分析結果は、1～2の虹色光沢評価が十分に許容可能であり、また、接着性及びヘイズの規格を満たしていたことを示す。

10

#### 【0057】

##### 比較例3及び4

比較例3において、プライマー層中のポリウレタン粒子の含量が9.0重量%であったこと以外は、実施例2の手順を繰り返した。また、比較例4においても、プライマー層中のポリウレタン粒子の含量が0.22重量%であったこと以外は、実施例2の手順を繰り返した。

#### 【0058】

##### 評価結果

分析結果を表3に示す。これらの実施例は、過剰量のポリウレタン粒子により、フィルムの光学的透明性を損ない(比較例3)、また、不十分なポリウレタン粒子が、十分な虹色光沢除去力を提供しない(比較例4)ことを示す。

20

#### 【0059】

##### 比較例5

乾燥後、プライマーの厚さが0.2μmとなるように、プライマー溶液を約2.8g/m<sup>2</sup>の割合で基層上に堆積したこと以外は、実施例2の手順を繰り返した。表3に示す分析結果は、プライマー層の過度の厚さにより、虹色光沢が除去されたものの、光学的透明性に悪影響を及ぼすことを示す。

#### 【0060】

##### 比較例6及び7

比較例6において、カルボジイミド架橋剤を、グリオキサール架橋剤 (Emerald Performance Materials社製のFreechem (登録商標) 40DL) に代えたこと以外は、実施例2の手順を繰り返した。Freechem 40DLは、0.2%未満の残留酸を含有する、エタンジアル水溶液である。比較例7において、カルボジイミド架橋剤を、メラミンホルムアルデヒド樹脂架橋剤 (Cymel (登録商標) 385、Cytec Industries社 (Woodland Park, NJ) 製) に代えたこと以外は、実施例2と同じ手順を繰り返した。架橋剤の量は、実施例2と同じであった。分析結果を表3に示す。分析結果は、実施例2の逆合成脂肪族ポリウレタンとプライマーの割合が、満足な虹色光沢特性及びヘイズ特性を提供したことを示す。しかしながら、カルボジイミドを他の架橋剤に置換すると、低い噴霧及び煮沸接着能であった。

30

40

#### 【0061】

【表 3】

表 3

	比較例 1	実施例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7
噴霧接着性	1	1	1	1	1	2	3
煮沸接着性	1	1	1	1	1	2	3
テープ接着 性・平行方向	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格
テープ接着 性・垂直方向	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格
虹色光沢	3	1-2	1-2	3	1-2	1-2	1-2
ヘイズ%	1.37	1.7	3.53	0.85	6.5	1.22	1.35

10

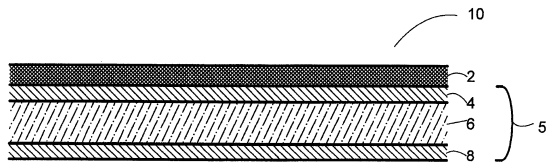
20

## 【 0 0 6 2 】

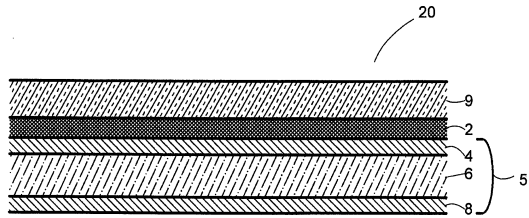
本発明の特定の形態が、関連技術における平均的な当業者に完全かつ十分に本発明のこれらの形態を説明する目的で具体的に例示するために、先の開示で選択されているが、実質的に同等の若しくは優れた結果及び／又は性能をもたらす種々の置換及び改良が、次に示す特許請求の範囲及び趣旨の範囲内にあると考えられることを理解する必要がある。本出願で参照する米国特許及び特許出願の開示全体は、参照により本明細書中に組み込まれる。



【図 1】



【図 2】



---

フロントページの続き

(72)発明者 トレイシー パオリリー

アメリカ合衆国 ロードアイランド州 02818 イースト グリーンウィッチ ベイクリフ  
ドライヴ 109

審査官 佐藤 玲奈

(56)参考文献 国際公開第2007/032295(WO, A1)

特開平05-132636(JP, A)

特開2004-143379(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B32B 1/00 - 43/00