

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁷
B32B 27/36
G11B 5/704
C08J 5/18

(45) 공고일자 2000년03월 15일
(11) 등록번호 10-0248317
(24) 등록일자 1999년 12월 17일

(21) 출원번호	10-1995-0000409	(65) 공개번호	특 1995-0031507
(22) 출원일자	1995년01월 11일	(43) 공개일자	1995년 12월 18일
(30) 우선권 주장	94-1256 1994년01월 11일	일본(JP)	
(73) 특허권자	데이진 가부시기가이샤 야스이 쇼사쿠 일본 오사카후 오사카시 주오구 미나미혼마찌 1초메 6방 7고		
(72) 발명자	마스다시게요시 일본국 도오교도 지요다구 우찌사이와이쵸 2쵸메 1방 1고 데이진가부시끼가 이샤나이 하세요시마찌 일본국 가나가와켄 사가미하라시 오야마 3쵸메 37방 19고 데이진가부시끼가 이샤사가미하라지교쇼나이 옛쥬마사미 일본국 가나가와켄 사가미하라시 오야마 3쵸메 37방 19고 데이진가부시끼가 이샤사가미하라지교쇼나이		
(74) 대리인	박해선, 이준구, 조영원		

심사관 : 이희명

(54) 이축배향적층폴리에스테르필름

요약

폴리에스테르 기층 (A) 및 폴리에스테르 기층 (A)의 10이상의 편면 상에 적층된 폴리에스테르 표면층 (B)로 구성되었으며, 폴리에스테르 표면층 (B)가 불활성 입자를 함유하며, 두께라 0.02~3 μ m 이고, 표면조도 Ra가 3~30nm 이고, 필름 폭방향으로 500mm 거리를 따라 측정된 표면조도 Ra 변동율이 5% 이하임을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름. 상기 필름의 폴리에스테르 표면층 (B)의 표면조도는 폭방향으로 균일하며 적층 폴리에스테르 필름에 의해 우수한 권자가 수득되고 상기 적층 폴리에스테르 필름으로부터 슬릿 필름의 팬케익이 수득된다.

명세서

[발명의 명칭]

이축 배향 적층 폴리에스테르 필름

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 폴리에스테르 기층, 그 기층의 한 편면상에 적층된 박폴리에스테르 표면층, 및 임의로 그 기층의 다른 편면상에 적층된 박폴리에스테르 표면층을 함유하며, 필름 표면층의 폭방향에서 표면 조도, 활성, 내마모성 및 내스크래치성이 균일한 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름에 관한 것이다.

이축 배향 폴리에스테르 필름은 우수한 특성을 가지며 따라서 자기테이프, 전기 부품, 사진술, 금속화법 및 포장법의 각종 분야에서 사용된다. 특히 이축 배향 필름은 높은 강도 및 높은 탄성율을 가지므로 비디오 테이프, 오디오 테이프, 컴퓨터 테이프 및 플로피 디스크와 같은 자기 기록 매체용 베이스 필름으로서 광범위하게 사용된다.

상기 분야에서, 최근에는 고밀도 기록화 및 고품질화에 대한 요구가 증가하고 있으며 이에 따라, 베이스 필름으로서의 폴리에스테르 필름의 표면이 평탄할 것이 강력하게 요망되고 있다.

하지만, 필름표면의 평탄도가 증가함에 따라, 자기 테이프로서의 용도에 있어서, 예를 들어 필름의 마찰 계수가 증가하며 주행불량이 일어나고 스크래치가 생기게 되는 문제점이 있다. 또한, 필름 제조시, 필름 표면이 평탄한 필름을 롤의 형태로 권취할 경우, 롤의 형태가 현저하게 악화되기 쉽거나, 양호한 권자로 필름롤을 권취하기가 곤란하다.

또한, 필름의 생산성을 향상시키기 위해서는, 필름의 권취속도를 고속화하고 필름폭을 광폭화할 필요가 있다. 하지만, 권취속도의 고속화 및 필름폭의 광폭화는 양호한 권자를 갖는 필름롤의 수득을 곤란하게 하는 문제점을 수반한다.

필름의 평탄화에 있어서, 필름표면의 평탄화에 의해 야기되는 상기 문제점들을 동시에 극복할 것이 요구

된다.

상기와 같은 상황하에서, 그의 편면(표면) 및 다른 편면(이면) 간의 표면조도치가 다른 적층 필름, 즉 한 편면은 평탄하고 다른 편면은 거친 적층 필름이 제안되었다. 상기 적층 필름은, 자기테이프용 베이스 필름과 같이 한 편면은 평탄해야 하고 다른 편면은 거칠어도 좋은 필름으로서 사용되는 것이 유리하다. 자기층이 상기 필름의 평탄한 표면상에 형성되고 다른 거친 표면이 주행표면으로서 사용될 경우, 자기테이프는 전자기 변환 특성의 향상을 위한 평탄도 및 필름 주행 특성의 향상을 위한 윤활성 모두를 가질 수 있기 때문에, 상기 필름은 자기테이프용 베이스 필름으로서 우수하다.

하지만, 최근에는 거친 표면의 조도를 감소시킬 필요가 있을 뿐만 아니라 "거친" 표면도 또한 점점 평탄화된다.

상기와 같은 상황하에서, 필름표면 조도의 변동이 필름 특성상의 차이로서 현저하게 되며, 특히 필름 폭방향의 표면조도의 변동이 권취 속도의 차이를 야기하게 된다.

예를 들어, 폴리에스테르 필름이 사용되는 제품의 하나인 자기테이프의 제조에 있어서, 폭이 큰 (예를 들어 300~1,500mm)인 장척 폴리에스테르 필름을 자기층으로 도포하고 캘린더-처리하여 광폭 웹필름을 제조하고, 처리된 필름을 예를 들어 8mm 또는 1/2 인치의 폭으로 슬릿하여 수십 개의 슬릿 테이프를 제조하여, 길이가 수백 내지 수천 미터인 슬릿 테이프를 동시에 권취하여 팬케익을 제조한다.

상기 광폭 베이스 필름의 표면조도를 변동시킬 경우, 슬릿 테이프의 주행 표면의 표면조도치는 상이하다.

상대적으로 "평탄한" 표면조도를 갖는 슬릿 테이프에 일치시킨 조건하에서 슬릿 테이프를 권취할 경우, 상대적으로 "거친" 표면조도를 갖는 슬릿 테이프의 롤은 좀 더 큰 활도 또는 평활성에 기인하여 불균일 측면을 갖기 쉽다. 결과적으로, 팬케익의 롤 형태가 불량하여 수율이 감소한다. 팬케익의 측면이 지나치게 불균일할 경우, 팬케익의 형태가 파열되며 공정이 중단될 수 있다.

한편, 상대적으로 "거친" 표면조도를 갖는 슬릿 테이프에 일치시킨 조건하에서 슬릿 테이프를 권취할 경우, "거친" 표면조도를 갖는 슬릿 테이프에 의해 권자가 양호한 팬케익이 수득된다. 하지만, 상대적으로 "평탄한" 표면조도를 갖는 슬릿 테이프는 활성이 불충분하므로, 범프스를 갖거나 불규칙한 원형이거나 약간 각진 형태인 팬케익이 수득될 수 있다. 그 결과, 일부 팬케익은 권자가 불량하여 제품의 수율이 감소한다.

즉, 광폭 필름의 표면조도가 폭방향으로 변화할 경우, 광폭 필름을 슬릿함으로써 수득된 슬릿 테이프의 팬케익 모두가 우수한 권자를 갖지는 않는다.

일본국 특허 공개공보 제 126,723/1988 호에는, 불활성 무기 윤활제 입자의 농도 분포가 측면에서 더 높고 중심부에서 더 낮은 미연신 필름을 제조하고 이축배향함을 특징으로 하는, 폭방향의 헤이즈 불균일도가 개선된 이축 배향 필름의 제조방법이 개시되어 있다. 하지만, 상기 공보에는 본 발명이 개시되거나 제안되어 있지 않다.

본 발명자들은 필름 폭방향으로 표면조도의 변동을 연구하였으며, 그 결과, 필름을 텐터법에 의해 폭방향으로 연신할 경우, 필름 표면의 평탄도는, 필름이 윤활제를 균일하게 함유한다 하더라도 필름 중심부에서의 낮은 평탄도 내지 측면부에서의 높은 평탄도로 변화하기 쉽다.

본 발명자들은 필름 폭방향의 표면조도의 변동을 감소시키거나 제거하기 위해 추가의 연구를 수행하였으며, 그 결과, 표면층을 갖는 적층 필름내에서, 윤활제를 균일하게 함유한다 하더라도 표면층의 표면조도가 표면층의 두께에 따라 표면층의 폭방향으로 변화함을 발견하였다.

상기 현상을 고려하여, 본 발명자들은 표면층의 복굴절을 또는 배향각의 감소 또는 증가를 고려하여 필름 폭방향의 표면층의 두께를 조정함으로써 필름 폭방향의 표면조도의 변동을 감소시킬 수 있음을 발견하였다. 상기 발견을 기초로, 본 발명을 완성하였다.

따라서, 본 발명의 목적은 폭방향으로 균일한 표면조도를 갖는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름을 제공하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 롤 형태의 권취성이 우수하고 우수한 권자가 수득되는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름을 제공하는 것이다.

본 발명의 추가의 목적은 균일 조건하에서 슬릿 필름을 권취할 경우 측면 불균일도가 없고 범프스가 없는 롤의 형태인 복수의 슬릿 필름의 팬케익이 수득되는 광폭 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름을 제공하는 것이다.

본 발명의 추가의 목적은 자기 고밀도 기록 테이프 또는 디스크와 같은 고밀도 기록을 위한 자기 기록매체용 베이스 필름으로서 사용될 수 있는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름을 제공하는 것이다.

본 발명에 따라, 포괄적으로 본 발명의 상기 목적 및 잇점은, 폴리에스테르 기층 (A) 및 폴리에스테르 기층 (A)의 1 이상의 편면상에 적층된 폴리에스테르 표면층 (B)로 구성되며, 폴리에스테르 표면층 (B)가 불활성 입자를 함유하고, 두께가 0.02~3 μ m 이고 표면조도 Ra가 3~40nm 이며 필름 폭방향으로 500mm 의 거리를 따라 측정했을 경우 표면조도 Ra 변동율이 5% 이하임을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름에 의해 달성된다.

본 발명의 상기 목적 및 잇점은 하기 본 발명의 상세한 기재로부터 명백해질 것이다.

본 발명에 사용된 폴리에스테르는, 주로 방향족 디카르복실산 유래인 산 성분 및 주로 지방족 글리콜 유래인 글리콜 성분으로 구성된다. 폴리에스테르는 실질적으로 직쇄이며 필름 성형성, 특히 용융성형시 필름성형성을 갖는다.

방향족 디카르복실산에는 테레프탈산, 나프탈렌디카르복실산, 이소프탈산, 디페녹시에탄디카르복실산, 디페닐디카르복실산, 디페닐에테르디카르복실산, 디페닐술폰디카르복실산, 디페닐케톤디카르복실산 및 안트

라센디카르복실산이 포함된다.

글리콜에는, 에틸렌 글리콜, 트리메틸 글리콜, 테트라메틸렌 글리콜, 펜타메틸렌 글리콜, 헥사메틸렌 글리콜 및 데카메틸렌 글리콜과 같은 탄소수 2~10의 폴리메틸렌 글리콜류, 및 시클로헥산디메탄올과 같은 지환족 디올이 포함된다.

본 발명에서, 폴리에스테르는 주요 반복 단위로서 알킬렌 테레프탈레이트 및 알킬렌 나프탈레이트의 1종을 함유하는 폴리에스테르로부터 선택하는 것이 바람직하다.

상기 폴리에스테르 가운데 바람직한 것은 폴리에틸렌 테레프탈레이트 단독 중합체, 폴리에틸렌-2,6-나프탈레이트 단독 중합체, 및 80몰% 이상이 1종 이상의 테레프탈산 및 2,6-나프탈렌디카르복실산 유래인 산 성분 및 80몰% 이상이 에틸렌 글리콜 유래인 글리콜 성분을 함유하는 공중합체가 바람직하다. 상기 폴리에틸렌 테레프탈레이트 공중합체에서, 산성분의 20몰% 미만이 테레프탈산 이외의 상기 방향족 디카르복실산 유래일 수 있으며, 상기 폴리에틸렌-2,6-나프탈레이트 공중합체에서, 20몰% 미만의 산성분이 2,6-나프탈렌디카르복실산 이외의 상기 방향족 디카르복실산 유래일 수 있다. 또한, 상기 폴리에틸렌 테레프탈레이트 공중합체 또는 폴리에틸렌-2,6-나프탈레이트 공중합체에서, 산성분의 20몰% 미만이 아디프산 및 세바크산과 같은 지방족 디카르복실산; 및 시클로헥산-1,4-디카르복실산과 같은 지환족 디카르복실산으로부터 유래될 수 있으며, 20몰% 미만의 글리콜 성분이 에틸렌 글리콜 이외의 상기 글리콜; 히드로퀴논, 레소르틴 및 2,2-비스(4-히드록시페닐)프로판과 같은 방향족 디올; 1,4-디히드록시디메틸벤젠과 같은 방향족 고리를 갖는 지방족 디올; 및 폴리에틸렌 글리콜, 폴리프로필렌 글리콜 및 폴리테트라메틸렌 글리콜과 같은 폴리알킬렌 글리콜로부터 유래될 수 있다.

본 발명에 사용된 폴리에스테르는, 추가로, 디카르복실산 및 히드록시카르복실산 유래의 성분의 총량을 기준으로, 히드록시벤조산과 같은 방향족 히드록시산 및 ω -히드록시카프로산과 같은 지방족 히드록시산과 같은 히드록시카르복실산 유래의 성분을 20몰% 미만 함유할 수 있다.

추가로, 본 발명에 사용된 폴리에스테르는 최소한 트리멜리트산 또는 펜타에리트리톨과 같은 삼관능성기 또는 다가 화합물을 갖는 폴리카르복실산 유래의 성분을, 폴리에스테르가 실질적으로 직쇄인 양, 예를 들어 산성분의 총량을 기준으로 2몰% 이하의 양으로 함유할 수 있다.

상기 폴리에스테르는 그 자체가 공지되어 있으며 공지의 방법에 의해 제조할 수 있다.

본 발명의 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름(때로는 이후에 "적층 폴리에스테르 필름"으로 약칭함)은 폴리에스테르 기층 (A), 및 폴리에스테르 기층 (A)의 1 이상의 편면상에 적층된 폴리에스테르 표면층 (B)로 구성된다. 본 발명의 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름에는, 기층 (A) 및 폴리에스테르 표면층 (B) 간의 접합력을 개선시키기 위해, 예를 들어, 기층 (A) 및 폴리에스테르 표면층 (B) 간에 중간층이 존재할 수 있다. 중간층은 임의의 폴리에스테르 1종 및 그외의 수지로 구성될 수 있다.

모든 경우에, 표면층 (B)는 최외층을 형성하거나, 표면층 (B)는 적층 폴리에스테르 필름의 최외층을 형성한다.

기층 (A) 및 표면층 (B)는 동일한 폴리에스테르 또는 상이한 폴리에스테르로 구성될 수 있다.

본 발명의 적층 폴리에스테르 필름에서, 표면층 (B)는 유효제로서 1 종 이상의 불활성 입자를 함유한다.

상기 불활성 입자에는 (1) 이산화규소(수화물, 구조도, 실리카 모래 및 석영 포함); (2) 알루미늄(α , β , γ , δ , θ 및 χ 형태의 결정 포함); (3) 30중량% 이상의 SiO_2 성분을 함유하는 실리케이트(예: 무정형 또는 결정성 점토 광물 및 알루미늄실리케이트(소성물 및 수화물 포함), 크리소틸, 지르콘 및 플라이애쉬); (4) Mg, Zn, Zr 및 Ti의 산화물; (5) Ca 및 Ba의 황산염; (6) Li, Ba 및 Ca의 인산염(1수화물 및 2수화물 포함); (7) Li, Na 및 K의 벤조산염; (8) Ca, Ba, Zn 및 Mn의 테레프탈산염; (9) Mg, Ca, Ba, Zn, Cd, Pb, Sr, Mn, Fe, Co 및 Ni의 티탄산염; (10) Ba 및 Pb의 크롬산염; (11) 탄소(예: 카본 블랙 및 흑연); (12) 유리(예: 유리 분말 및 유리 비드); (13) Mg의 탄산염; (14) Ca의 탄산염; (15) 플루오라이드; (16) ZnS 및 (17) 내열성이 높은 중합체 입자(예: 실리콘 수지 및 가교결합 아크릴 입자, 가교결합 폴리스티렌 입자, 가교결합 폴리에스테르 입자, 테프론 입자, 폴리이미드 입자 및 멜라민 입자)가 포함된다.

불활성 입자의 평균 입경은 $0.05 \sim 3 \mu\text{m}$ 가 바람직하고, 더욱 바람직하게는 $0.08 \sim 0.9 \mu\text{m}$ 이며, 특히 바람직하게는 $0.09 \sim 0.49 \mu\text{m}$ 이다. 표면층에서 불활성 입자의 함량은 $0.01 \sim 8$ 중량%가 바람직하고, 더욱 바람직하게는 $0.1 \sim 3$ 중량%, 특히 바람직하게는 $0.6 \sim 0.9$ 중량%이다.

본 발명의 적층 폴리에스테르 필름에서, 표면층 (B)의 표면조도 Ra는 $3 \sim 40 \text{nm}$ 이고, 바람직하게는 $4 \sim 35 \text{nm}$, 더욱 바람직하게는 $5 \sim 35 \text{nm}$, 특히 바람직하게는 $5 \sim 25 \text{nm}$, 가장 바람직하게는 $5 \sim 15 \text{nm}$ 이다.

표면층 (B) 표면상의 임의의 부위 내 $500 \mu\text{m}$ 의 범위에서 표면층 (B)의 Ra를 측정할 경우, Ra 변동율은 5% 이하이다. Ra 변동율이 5% 이하임은 Ra의 최대치 [Ra(Max)] 및 Ra의 최소치 [Ra(Min)]이 하기식을 만족함을 의미한다.

표면층 (B)의 두께는 $0.02 \sim 3 \mu\text{m}$ 이고, 바람직하게는 $0.05 \sim 2.5$ 미만 μm , 더욱 바람직하게는 $0.05 \sim 2 \mu\text{m}$, 더욱 더 바람직하게는 $0.07 \sim 1 \mu\text{m}$, 특히 바람직하게는 $0.2 \sim 0.45 \mu\text{m}$ 이다.

상기 식에서, \overline{Ra} 는 최대치 및 최소치의 평균치를 나타낸다.

Ra 변동율은 3% 이하가 바람직하고, 더욱 바람직하게는 1% 이하이다.

표면조도 Ra 및 Ra 변동율이 상기 범위 이내일 경우, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름 유래의 복수의 슬릿 필름을 동일한 조건하에서 권취하여 거의 모두 우수한 권취를 갖는 편케익을 수득할 수 있다. 즉, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름은, 불충분한 유효도로 인해 슬릿 필름에 범프스가 발생하는 현상 및 편케익에 불균일한 입단면이 형성되는 현상을 실질적으로 방지할 수 있다. 물론, 슬릿 하기전의 적층 필

리에스테르도 롤 형태의 권취성이 우수하다.

Ra(Max) - Ra(Min)

$$\frac{\quad}{\overline{Ra}} \times 100 \leq 5$$

표면층 (B)의 두께가 상기 범위이내일 경우, 표면층 (B)의 두께를 이 후에 기재하는 방법에 의해 조정하여 상술한 범위 내의 Ra 변동율이 용이하게 달성될 수 있다.

표면층 (B)의 두께가 매우 적을 경우, 표면조도 Ra는 경미한 표면층 (B) 두께 변화에 의해서도 크게 변화하며, Ra 변동율을 상기 범위 내로 달성하기가 곤란하다. 또한, 불활성 입자로 형성된 돌기의 수가 감소하고 적층 필름의 활도가 감소한다. 한편, 표면층 (B)의 두께가 매우 두꺼울 경우, 표면층 (B)의 두께에 따른 표면조도 Ra의 변화가 매우 작고 상기 범위 이내의 Ra 변동율을 달성하기가 곤란하다.

본 발명에서, 필름 폭방향으로 측정된, 표면층 (B)의 종방향 굴절율(n_{MD})과 폭방향 굴절율(n_{TD})과의 차인 복굴절율(Δn)이 증가함에 따라, 표면층 (B)의 두께는 필름 폭방향으로 증가한다. 표면층 (B)의 두께를 상술한 바와 같이 조정함으로써 표면층의 폭방향 표면조도 Ra의 변동율이 감소될 수 있다.

복굴절치에 따른 폭방향의 표면층 (B)의 두께의 조정 정도는, 표면층으로서 사용된 폴리에스테르의 종류, 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 종류 및 농도, 및 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름의 제조공정과 같은 인자에 의해 영향받기 때문에 균일하게 결정될 수 없다. 하지만, 상기 인자들이 고정될 경우, 복굴절율치, 표면층 (B)의 두께 및 표면조도 Ra 간의 관계가 실험에 의해 사전에 결정될 수 있으므로, 표면층 (B)의 두께를 조정함으로써 상기 범위 이내의 필름 폭방향 Ra 변동율을 용이하게 취득할 수 있다.

또한, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름에서, 필름 폭방향으로 측정된 복굴절율이 최소인 표면층 (B) 상의 위치 A에서의 복굴절율 및 두께, 필름 폭방향으로 측정된 복굴절율이 최대인 표면층 (B) 상의 위치 B에서의 복굴절율 및 두께, 및 상기 두 위치간의 거리는 하기 관계식 (1) 을 만족하는 것이 바람직하며;

$$\frac{\Delta n_B - \Delta n_A}{2D} \times \sqrt{L} \leq \frac{t_B - t_A}{t_A} \leq \frac{20(\Delta n_B - \Delta n_A)}{D} \times \sqrt{L} \quad (1)$$

[식중, t_A 는 위치 A에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, t_B 는 위치 B에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이며, Δn_A 는 위치 A에서의 복굴절율이고, Δn_B 는 위치 B에서의 복굴절율이며, L은 위치 A 및 B간의 거리(m)이고, D는 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경(μm)이다]

더욱 바람직하게는 하기 관계식 (1A)를 만족하고;

$$\frac{\Delta n_B - \Delta n_A}{D} \times \sqrt{L} \leq \frac{t_B - t_A}{t_A} \leq \frac{10(\Delta n_B - \Delta n_A)}{D} \times \sqrt{L} \quad (1A)$$

특히 바람직하게는 하기 관계식 (1B) 를 만족하고 ;

$$\frac{\Delta n_B - \Delta n_A}{0.75D} \times \sqrt{L} \leq \frac{t_B - t_A}{t_A} \leq \frac{5(\Delta n_B - \Delta n_A)}{D} \times \sqrt{L} \quad (1B)$$

가장 바람직하게는 하기 관계식 (1C) 를 만족한다 :

$$\frac{\Delta n_B - \Delta n_A}{0.5D} \times \sqrt{L} \leq \frac{t_B - t_A}{t_A} \leq \frac{5(\Delta n_B - \Delta n_A)}{D} \times \sqrt{L} \quad (1C)$$

상기 관계식을 만족할 경우, 표면층 (B)의 두께를 조정함으로써, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름의 표면층 (B)의 폭방향 표면조도 Ra의 변동율을 용이하게 상기 범위로 할 수 있다.

상술한 바와 같이, 표면층 (B)는, 필름 폭방향(필름 종방향과 직각 방향)으로 측정했을 경우 굴절율이 최소인 위치 A 및 굴절율이 최대인 위치 B를 갖는다. 위치 A 및 B 간의 거리 L은 100mm 이상이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 300mm 이상이며, 특히 바람직하게는 500mm 이상이고, 가장 바람직하게는 900mm 이상이다.

또한, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름에서, 표면층 (B) 상의 임의의 위치에서의 두께 t (μm) 및 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경 D (μm)는 하기 관계식(2)를 만족하는 것이 바람직하며;

$$0.1 \leq t/\sqrt{D} \leq 4 \quad (2)$$

더욱 바람직하게는 하기 관계식 (2A) 를 만족하며 ;

$$0.2 \leq t/\sqrt{D} \leq 2 \quad (2A)$$

특히 바람직하게는 하기 관계식 (2B) 를 만족하고 ;

$$0.25 \leq t/\sqrt{D} \leq 1 \quad (2B)$$

가장 바람직하게는 하기 관계식 (2C) 를 만족한다 :

$$0.3 \leq t/\sqrt{D} \leq 0.5 \quad (2C)$$

표면층 (B)의 두께 t 및 불활성 입자의 평균 입경 D 가 상기 관계식을 만족할 경우, 불활성 입자의 입경 및 표면층 (B)의 두께가 잘 균형을 이루며, 표면층 (B)로부터 불활성 입자가 탈락되는 것 및 본 발명의 적층 필름의 제조과정 중 마모 분진의 발생이 실질적으로 억제될 수 있다. 또한, 동시에 표면층 (B)의 두께를 조정함으로써 표면층 (B)의 표면조도 Ra 변동율을 상기 범위 이내로 하는 것을 더 용이하게 수행할 수 있다.

또한, 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경 $D(\mu\text{m})$ 및 함량 $W(\text{중량}\%)$ 은 하기 관계식 (3)을 만족하는 것이 바람직하며;

$$0.01 \leq D \times W \leq 2 \quad (3)$$

더욱 바람직하게는 하기 관계식(3A)을 만족하고;

$$0.02 \leq D \times W \leq 1.4 \quad (3A)$$

특히 바람직하게는 하기 관계식(3B)을 만족하고;

$$0.04 \leq D \times W \leq 0.6 \quad (3B)$$

가장 바람직하게는 하기 관계식(3C)을 만족한다 :

$$0.08 \leq D \times W \leq 0.2 \quad (3C)$$

표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경 $D(\mu\text{m})$ 및 함량 $W(\text{중량}\%)$ 가 상기 관계식을 만족할 경우, 표면층 (B)의 불활성 입자의 함량이 적절하고, 표면층 (B)로부터 불활성 입자가 탈락되는 것을 실질적으로 억제할 수 있으며, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름은 우수한 활성을 유지할 수 있다.

본 발명의 또 다른 양태에 따라, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름의 폭이 작을 경우, 예를 들어 폭이 2,000mm 이하일 경우, 배향각이 필름 폭방향으로 증가함에 따라 표면층 (B)의 두께도 증가하도록 표면층 (B)의 두께가 변화한다. 이 경우에, 필름 폭방향으로 측정된 배향각이 최소인 표면층 (B) 상의 위치 A' 에서의 배향각, 필름 폭방향으로 측정된 배향각이 최대인 표면층 (B) 상의 위치 B' 에서의 배향각, 표면층 (B)의 두께 및 상기 두 위치간의 거리는 하기 관계식 (4)를 만족하는 것이 바람직하다 :

$$\frac{\theta_{B'} - \theta_{A'}}{9,000} \times L' \leq \frac{t_{B'} - t_{A'}}{t_{A'}} \leq \frac{\theta_{B'} - \theta_{A'}}{0.9} \times L' \quad (4)$$

[식중, $t_{A'}$ 는 위치 A' 에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, $t_{B'}$ 는 위치 B' 에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, $\theta_{A'}$ 는 위치 A' 에서의 배향각($^\circ$)이고, $\theta_{B'}$ 는 위치 B' 에서의 배향각($^\circ$)이며, L' 는 위치 A' 및 B' 간의 거리(m)이다]

상기 배향각은 필름의 종방향(길이 방향) 및 필름의 배향 방향에 의해 형성된 각을 지칭한다. 필름의 배향 방향은 종방향 및 폭방향의 배향방향의 벡터-합성 방향을 지칭하며, 편광 현미경으로 용이하게 측정할 수 있다.

특별히 제한되지는 않지만, 본 발명의 적층 폴리에스테르 필름에는 하기가 포함된다 :

- (1) 표면층 (B)이 기층 (A)의 편면상에 형성된 2층 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름,
- (2) 기층 (A)의 편면에 중간층 및 표면층(B)가 중간층 및 표면층 (B)의 순서로 형성된 3층 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름,
- (3) 표면층 (B)가 기층 (A)의 한 편면상에 형성되었으며 표면층 (B)가 기층 (A)의 다른 편면상에 형성된 3층 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름, 및
- (4) 표면층 (B)가 기층 (A)의 한 편면상에 형성되고 표면층 (B)와는 상이한 표면층이 기층 (A)의 다른 편면상에 형성된 3층 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름.

표면층 (B) 이외의 층(류)은 표면층 (B)에 함유된 것과 동일한 불활성 입자를 함유할 수 있다. 적층 폴리에스테르 필름의 제 1 표면이 표면층(B)로 형성되고 제 2 층이 기층 (A) 또는 표면층 (B) 이외의 표면층

으로 형성된 경우(즉, 상기 구조 (1), (2) 및 (4)의 어느 한 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름의 경우), 제 2 층의 표면조도 Ra가 표면층 (B)의 표면조도 Ra보다 2nm 이상, 특히 4nm 이상 작도록 불활성 입자를 혼합하는 것이 바람직하다.

상기 구조 (1), (2) 및 (4)의 어느 한 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름은 자기 기록 테이프용 베이스 필름으로서 사용되는 것이 바람직할 수 있다.

본 발명의 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름의 총 두께는 최종 용도에 따라 결정된다. 따라서, 두께를 필름 폭방향으로 조정된 상기 표면층 (B)의 두께에 따라 기층 (A) 및 중간층 등과 같은 그 외의 층의 두께를 총 두께가 유지되는 범위로 변경할 수 있다.

이축 배향 적층 폴리에스테르 필름의 총 두께는 통상적으로 1~300 μ m이고, 바람직하게는 2~80 μ m, 더욱 바람직하게는 2~25 μ m, 특히 바람직하게는 4~17 μ m이다. 기층 (A)의 두께는 표면층 (B)의 두께보다 두꺼운 것이 바람직하며, 중간층이 존재할 경우, 그의 두께도 또한 표면층 (B)의 두께보다 두꺼운 것이 바람직하다.

본 발명의 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름은, 필름 폭방향으로 표면층 (B)에 균일한 특성을 부여하는 것을 제외하고 공지된 방법에 의해 제조할 수 있다. 예를 들어, 적층 미연신 필름을 먼저 제조한 다음, 미연신 필름을 이축 배향함으로써 제조할 수 있다.

상기 적층 미연신 필름은 통상적인 적층 필름의 공지된 제조방법에 의해 제조할 수 있다. 예를 들어, 표면층 (B) 형성용 필름층 및 기층 (A) 형성용 필름층을, 폴리에스테르(류)를 용융하거나 냉각 고화한 상태에서 적층하는 방법에 의해 제조할 수 있다. 더욱 구체적으로는, 공압출법 및 압출 적층법중 한 방법에 의해 제조할 수 있다. 공압출법이 본 발명의 효과를 수득하는데 더 용이하게 기여한다.

두께가 필름 폭방향으로 조정된 적층 미연신 필름은, 예를 들어, 2층 또는 3층 제조용 매니폴드(manifold)가 제공되고 표면층 (B)용 중합체를 그 외의 층(류)용 중합체(류)와 결합시키기 직전에 폭방향으로 슬릿 간격을 변화시키는 공압출법에 의해 제조할 수 있다. 또한, 피드 블럭법과 같은 그 외의 방법을 사용할 수 있다.

2층 구조를 갖는 적층 폴리에스테르 필름의 경우에, 표면층 (B)는 적층 폴리에스테르 필름의 편면을 형성하고 기층 (A)는 적층 폴리에스테르의 다른 편면을 형성한다.

상기 방법에 의한 적층 필름은 공지의 방법에 준하여 제조 및 이축 배향될 수 있다. 예를 들어, 폴리에스테르(류)를 용융(T_m : $^{\circ}$ C) 내지 ($T_m + 70$) $^{\circ}$ C의 온도에서 용융 및 공압출하여 고유점도가 0.35~0.9dl/g 인 적층 미연신 필름을 제조하고, 적층 미연신 필름을 ($T_g - 10$) ~ ($T_g + 70$) $^{\circ}$ C(상기에서 T_g 는 폴리에스테르의 유리전이온도이다)의 온도에서 2.5~5.0의 연신율로 일축 연신(종방향 또는 폭방향)시키고 일축 연신 필름을 T_g ($^{\circ}$ C) 내지 ($T_g + 70$) $^{\circ}$ C의 온도에서 2.5~5.0의 연신율로 상기 연신방향과 직각방향(예를 들어 미연신 필름을 종방향으로 연신할 경우 폭방향)으로 연신한다.

이 경우, 면적 연신율은 9~22가 바람직하고 더욱 바람직하게는 12~22이다. 이축 연신은 동시 이축연신법 및 축차 이축연신법 중의 어느 한 방법에 의해 수행될 수 있다. 상기 방법 중 스텐터를 이용한 축차 이축연신법이 본 발명의 효과가 가장 용이하게 수득될 수 있으므로 바람직하다.

또한, 이축 배향 적층 필름은 ($T_g + 70$) $^{\circ}$ C 내지 T_m ($^{\circ}$ C)의 온도에서 열고정시킬 수 있다. 예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름은 190~240 $^{\circ}$ C의 온도에서 열고정시키는 것이 바람직하다. 열고정 시간은 예를 들어 1~60초이다.

적층 폴리에스테르 필름을 연속적으로 제조하기 위한 장치 및 제조 조건을 상술한 바와 같이 결정할 경우, 적층 필름의 표면층 (B)의 폭방향 복굴절율치 및 복굴절율치가 최대이고 최소인 표면층 (B) 상의 위치는 시뮬레이션 및 실험에 의해 미리 알 수 있다. 또한, 표면층 (B)를 형성하는 용융 폴리에스테르가 압출되는 오리피스 슬릿의 간격을 상기 데이터를 기준으로 조정하여, 복굴절율치를 기준으로 두께가 조정된 표면층 (B)를 갖고 상기 관계식(1)을 만족하는 적층 필름을 제조한다.

본 발명의 적층 폴리에스테르 필름은 비디오 테이프, 오디오 테이프, 컴퓨터 테이프, 플로피 디스크 등과 같은 자기 기록 테이프용 베이스 필름으로서 우수하게 사용된다.

이하에 하기 실시예를 참고로 본 발명을 상세하게 설명한다.

실시예에서, 각종 물성치 및 특성은 하기와 같이 측정 및 정의된다.

(1) 입자의 평균입경(면적원 상당경)

필름 내 입자의 측정

샘플 필름을 주사형 전자 현미경의 시료대에 고정시키고, 하기 조건하에서 스프터링 장치(JFC-1100 이온 에칭 장치, Nippon Denshi K. K. 제)를 이용하여 필름 표면을 이온-에칭한다. 샘플을 벨 자(bell jar) 내에 위치시키고, 진공도를 약 10^{-3} 토르까지 증가시키고, 약 10분간 12.5mA의 전류 및 0.25kV의 전압으로 이온 에칭을 수행한다. 또한, 동일한 장치를 이용하여 필름 표면에 금을 스퍼터하고, 주사형 전자 현미경을 이용하여 10,000~30,000의 배율로 필름 표면을 관찰하여, 닛뽕 레굴레이타(주) 제 루렉스(LUZEX) 500을 이용하여 100개 이상의 입자의 최대경, 최소경 및 면적원 상당경을 측정한다.

(2) 필름의 평탄성

Ra(중심선 평균조도)를 JIS B 0601에 준하여 측정한다. 측정식 표면조도계(Surf-coder SE-30C, Kosaka Laboratories Ltd. 제)를 이용하여 측정 반경이 2 μ m 이고 측정 하중이 30mg 인 조건하에서 차트(필름 표면 조도 곡선)를 제작한다. 수득된 필름 표면 조도 곡선으로부터 중심선의 방향으로 측정 길이 L을 갖는 부분을 발체한다. 상기 발체 부분의 중심선을 X축으로 하고, 종배율의 방향을 Y축으로 하여 조도 곡선을 $Y=f(X)$ 로서 표현한다. 하기 식에 의해 부여된 값(Ra : nm)을 필름 표면 조도로서 정의한다.

$$Ra = \frac{1}{L} \int_0^L |f(x)| dx$$

본 발명에서, 측정 길이는 1.0mm로 고정시키고 컷오프치는 0.08mm이다. 7개의 샘플편을 측정하여 최대치 및 최소치를 제외한 측정치의 평균을 Ra로 한다.

(3) 배향각

필름의 길이 방향(종방향) 및 배향축간의 각을 측정하고 이 각을 배향각으로 한다.

(4) 굴절율 및 복굴절율

광원으로서 나트륨 D선 및 마운트액으로서 요오드화 메틸렌을 이용하여 아베 굴절계로 필름의 종방향 굴절율 및 폭방향 굴절율을 측정한다. 종방향 굴절율(n_{MD}) 및 폭방향 굴절율(n_{TD}) 간의 차($n_{MD} - n_{TD}$)를 측정하여 복굴절율로 한다.

(5) 층의 두께

적층 폴리에스테르 필름의 각층 내에 함유된 불활성 입자의 종류 및/또는 양에 의해 구별된 경계면을 측정함으로써 각층의 두께를 수득한다. 투과형 전자 현미경(TEM)으로 관찰한 필름 단면사진으로부터 차를 관찰한다. 또는 적층 폴리에스테르 필름의 각층 내에 함유된 불활성 입자의 종류 및 총량에 의해 특징적인 형광 X-선 파장 및 세기를 측정하고 계산함으로써 각층의 두께를 측정한다.

(6) 권취성

(i) 롤형 권자(권취성 A)

폭이 1,000mm이고 길이가 5,000m인 광폭장척 필름 또는 폭이 500mm이고 길이가 9,000m인 광폭장척 필름을 롤 형태로 권취하여, 권자가 양호한 롤의 수득 용이도를 평가한다.

AA : 필름을 200m/분의 속도로 광폭장척 롤의 형태로 권취할 경우, 상당히 광범위한 권취조건(장력 및 접압) 범위 하에서 권자가 우수한 롤을 수득할 수 있다.

A : 권취 속도를 200m/분으로 고정시키면서 권취 조건(장력 및 접압)을 변화시킬 경우, 주름 및 범프스(범프형 돌기)가 발생하기 쉽고, 권취 조건의 범위가 제한된다. 하지만, 특정 조건하에서는, 권자가 우수한 롤이 수득될 수 있다.

B : 200m/분의 권취 속도로 권취 조건을 다양하게 변화시킬 경우에도, 범프스가 발생하고 롤의 측면이 불균일하다. 결과적으로, 권자가 우수한 롤이 수득될 수 없다. 권취 속도를 50m/분으로 고정시킬 경우, 특정 조건하에서 권자가 비교적 양호한 롤이 수득될 수 있지만 권취 속도가 낮아서 공업적으로 불리하다.

C : 200m/분 또는 50m/분의 권취 속도로 권취 조건(장력 및 접압)을 다양하게 변화시킬 경우에도, 강력한 주름 및 범프스(범프형 돌기)가 발생하고 롤의 측면이 불균일하다. 결과적으로, 권자가 우수한 롤이 수득될 수 없다.

(ii) 자기 테이프의 권자(권취성 B)

[자기 테이프의 제조]

γ -Fe₂O₃ 100중량부(이하 간단히 "부"라 지칭함) 및 하기 성분들을 혼련하고 불밀을 이용하여 분산시킨다.

폴리에스테르 폴리우레탄	12 부
염화 비닐-비닐 아세테이트-무수 말레인산 공중합체	10 부
α -알루미나	5 부
카본 블랙	1 부
부틸 아세테이트	70 부
메틸 에틸 케톤	35 부
시클로헥산온	100 부
또한, 하기 성분들을 분산물에 첨가한다.	
지방산 : 올레인산	1 부
지방산 : 팔미트산	1 부
지방산 에스테르(아밀 스테아레이트)	1 부

혼합물을 10~30 분간 혼련한다. 또한, 에틸 아세테이트 중 트리이소시아네이트 화합물 25중량% 용액 7부를 첨가하고, 혼합물을 1시간동안 고속으로 전단 분산시켜 자성도포액을 제조한다.

상기 제조한 도포액을 건조 도포막 두께가 2.5 μ m가 되도록 적층 폴리에스테르 필름에 도포한다. 이 자성 도포막은 표면층(B)와 반대측의 표면상에 형성된다.

이어서, 자성 도포막을 직류 자기장 중에서 배향처리하고 100℃에서 건조시킨다. 건조 자성 도포막으로 도포된 적층 필름을 캘린더 처리하고 1/2 인치의 폭으로 슬릿하여 자기 테이프를 수득한다.

[권취 자기 테이프의 수율 평가]

상기 적층 필름을 1/2 인치의 폭으로 슬릿하면서 테이프의 권취성을 평가한다. 자기 테이프 제조시, 폭이 300mm~1,500mm인 광폭 권취 필름으로부터 폭이 각각 1/2 인치인 수십개의 자기 테이프를 제조하고, 자기 테이프의 권취를 하기 평가기준으로 평가한다.

AA : 슬리터의 장력과 같은 조건의 넓은 범위하에서 300m/분의 권취 속도로 모든 테이프가 우수하게 권취된다.

A : 슬리터의 장력과 같은 조건의 제한적이고 변형된 범위하에서 300m/분의 권취 속도로 모든 테이프가 우수한 권자로 권취된다. 하지만, 100m/분의 권취 속도로는 슬리터의 장력과 같은 조건의 넓은 범위하에서 모든 테이프가 우수하게 권취된다.

B : 300m/분의 권취 속도에서 슬리터의 장력과 같은 조건을 변화시킬 경우에도 모든 테이프가 우수한 권자로 권취되지는 않는다. 일부 테이프는 0.5mm 이하의 측면 불균일도를 나타내거나, 일부 테이프(팬케익)는 경미한 요철 변형(범프스)을 나타낸다. 상기 테이프는 어떻게든 사용가능한 것으로 고려된다. 제한된 조건 범위하에서 권취 속도를 100m/분으로 고정시킬 경우, 모두 권자가 우수한 테이프가 수득된다.

C : 슬리터 조건이 300m/분의 권취 속도에서 변형될 경우에도, 측면 불균일도가 크게 발생하거나, 요철 변형(범프스, 범프형 돌기)이 발생한다. 모든 테이프가 우수한 권자로 권취되는 것은 아니며, 일부 테이프는 사용이 불가하다(팬케익). 100m/분의 권취 속도에서 슬리터 조건을 변형시킬 경우에도, 일부 테이프는 약 0.5mm의 측면 불균일도를 나타내거나, 일부 테이프는 경미한 요철 변형(범프스)을 나타낸다.

D : 300m/분 또는 100m/분의 권취속도에서 슬리터 조건을 변형시킬 경우에도, 일부 테이프는 큰 측면 불균일도 또는 큰 요철 변형(범프스)을 나타내어, 권자가 우수한 테이프가 수득되지 않는다.

[실시에 1~3 및 비교예 1]

에스테르 교환 촉매로서 아세트산 망간, 중합 촉매로서 삼산화 안티몬, 안정화제로서 인산, 및 윤활제로서 표 1에 나타난 입자의 존재하에 통상적인 방법에 준하여 디메틸 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 중합하여, 표면층 및 중심층용의, 고유 점도(α -클로로페놀, 35°C)가 0.62 dl/g인 폴리메틸렌 테레프탈레이트를 수득한다.

이어서, 상기 폴리메틸렌 테레프탈레이트를 170°C에서 3시간동안 건조시키고, 공압출 제막기의 별도의 압출기에 공급하고, 3층 다이를 통해 공압출하여 적층 미연신 필름을 수득한다. 폭방향에서의 각 층의 두께 비율을 변화시키기 위해, 매니폴드식 3층 다이의 각 오리피스부의 오리피스부의 간격이 폭방향으로 적절히 조정되도록 오리피스부를 배열한다. 상기 수득한 적층 미연신 필름은, 중심층, 표면층 (B) 및 자성 도포액이 도포되는 층의 3층 구조를 갖는다. 적층 미연신 필름을 종방향으로 4.0배 및 폭방향으로 3.8배 축차연신한다. 종방향 연신은 66°C의 저속 연신 롤 온도 및 IR 히터를 이용한 가열(표면 온도 : 830°C)하에서 수행된다. 폭방향 연신은 97°C에 스텐터를 이용하여 수행된다. 또한, 이축 배향 필름을 220°C에서 열고정한다.

스텐터로부터 꺼낸 후에, 이축 배향 적층 필름의 폭은 4.5m이다. 필름을, 폭방향 중심 및 중심으로부터 2,000mm 떨어진 부분 및 1,000mm 떨어진 부분을 따라 슬릿한다. 폭이 1,000mm인 슬릿 필름을 각각 동일한 조건하에서 필름 길이가 5,000m인 롤의 형태로 권취하여 4개의 필름롤을 수득한다. 실시에 1~3에서 수득된 슬릿 필름 모두는 우수한 권취성을 나타내며 우수한 권자가 수득된다. 한편, 비교예 1에서, 중심층상의 슬릿 필름은 우수한 권취성을 나타내며 우수한 권자가 수득되는 반면, 입단층상의 슬릿 필름은 불충분한 권취성을 나타내고 불량한 권자가 수득된다.

중심층상의 필름롤(롤 1)의 한 슬릿 필름 및 입단층상의 필름롤(롤 2)의 한 슬릿 필름 각각에 상술한 방법에 따라 자성층을 형성시키고, 자성층으로 도포된 필름을 캘린더 처리한 다음, 1/2 인치의 폭으로 슬릿한다. 수득된 슬릿 테이프를 동일한 조건하에서 팬케익의 형태로 권취한다.

표 1에 상기 테이프의 특성을 나타낸다.

표 1에서 측정 위치 A 또는 B는 폭방향으로 측정했을 경우 필름이 최대 복굴절을 또는 최소 복굴절을 나타내는 표면층 (B) 상의 위치를 지칭한다.

[실시에 4 및 비교예 2]

가교결합 폴리스티렌을 함유하는 에틸렌 글리콜의 슬러리를 제조하고, 에스테르 교환 촉매로서 아세트산 망간의 존재하에 에틸렌 글리콜 슬러리 및 디메틸 테레프탈레이트에 에스테르 교환 반응을 수행한다. 이어서, 반응 생성물을 중축합 촉매로서 삼산화 안티몬 및 안정화제로서 인산의 존재 하에 중축합하여, 고유 점도가 0.70 dl/g인 표면층용 폴리메틸렌 테레프탈레이트를 수득한다.

또한, 가교결합 폴리스티렌을 사용하지 않는 것을 제외하고 상기와 동일한 방법으로 고유 점도가 0.62 dl/g이고 불활성 입자를 실질적으로 함유하지 않는 폴리메틸렌 테레프탈레이트를 제조한다. 이 폴리메틸렌 테레프탈레이트는 중심층용이다.

상기 표면층 및 중심층용 폴리메틸렌 테레프탈레이트를 각각 180°C에서 3시간동안 감압하에서 건조시킨 다음, 별도의 압출기에 공급하고 3층 다이를 통해 압출하여 적층 미연신 필름을 수득한다. 폭방향에서의 각층의 두께 비율을 변화시키기 위해, 매니폴드식 3층 다이의 각 오리피스부의 오리피스부의 간격이 폭방향으로 적절히 조정되도록 오리피스부를 배열한다.

종방향으로 4.5배 및 폭방향으로 3.6배 축차연신한다. 종방향 연신은 66°C의 저속 연신 롤 온도 및 IR 히터를 이용한 가열(표면 온도 : 830°C)에서 수행된다. 폭방향 연신은 100°C에서 스텐터를 이용하여 수행된다. 또한, 이축 배향 필름은 200°C에서 5초동안 열고정된다.

스텐터로부터 꺼낸 후에, 필름의 폭은 4.5m이며, 이를 실시에 1과 동일한 방법으로 필름 폭방향의 필름

롤 4개를 수득하고, 각 슬릿 필름을 필름폭이 1,000mm이고 필름 길이가 5,000m인 롤의 형태로 권취한다.

또한, 실시예 1과 동일한 방법으로, 상기 자성 도포액을 각 롤의 필름에 도포하고, 도포된 필름을 캘린더 처리한 다음, 1/2 인치의 폭으로 슬릿한다. 표 1에 슬릿 필름의 특성을 나타낸다.

[실시예 5]

에스테르 교환 촉매로서 아세트산 망간, 중합 촉매로서 삼산화 안티몬, 안지화제로서 인산, 및 윤활제로서 표 1에 나타난 입자의 존재하에 통상적인 방법에 준하여 디메틸 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 중합하여, 표면층용으로 고유점도가 0.67dl/g인 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 중심층용으로 고유 점도가 0.60dl/g인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 수득한다.

상기 표면층용 및 중심층용의 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 170℃에서 3시간동안 건조시킨 다음, 별도의 압출기에 공급하고, 3층 다이를 통해 공압출하여 적층 미연신 필름을 수득한다. 폭방향에서의 각 층의 두께 비율을 변화시키기 위해, 매니폴드식 3층 다이의 각 오리피스부의 오리피스부의 간격이 폭방향으로 적절히 조정되도록 오리피스부를 배열한다.

상기 수득한 적층 미연신 필름을 종방향으로 3.7배 및 폭방향으로 3.8배 축차연신한다. 종방향 연신은 72℃의 저속 연신 롤 온도 및 IR 히터를 이용한 가열(표면 온도 : 830℃)하에서 수행된다. 폭방향 연신은 102℃에서 스텐터를 이용하여 수행된다. 또한, 이축 배향 필름은 220℃에서 5초동안 열고정된다.

스텐터로부터 꺼낸 후에, 필름의 폭은 4.5m이다. 필름을 실시예 1에서와 동일한 방법으로 슬릿하여 폭이 1,000mm인 필름롤 4개를 수득하고, 각각의 슬릿 필름을 필름폭이 1,000mm이고 필름 길이가 5,000m인 롤의 형태로 권취한다.

또한, 상기 자성 도포액을 각 롤의 필름에 도포하고, 도포된 필름을 캘린더 처리한 다음, 1/2 인치의 폭으로 슬릿한다. 표 1에 슬릿 필름의 특성을 나타낸다. 슬릿 필름을 필름길이가 5,000m인 롤의 형태로 권취한다. 표 1에 슬릿 필름의 특성을 나타낸다.

[실시예 6]

종방향 연신율을 3.4로 변화시키고, 폭방향 연신율을 4.3으로 변화시키고, 종방향 연신시 저속 연신 롤 온도를 76℃로 변화시키고 폭방향 연신온도를 107℃로 변화시키고, 표면층의 두께비를 조정하는 것을 제외하고 실시예 5와 동일한 방법으로 이축 배향 적층 필름을 수득한다.

표 1에 수득된 필름의 특성을 나타낸다.

[표 1]

필름 룰	실시예 1		실시예 2	
	1	2	1	2
필름폭 (mm)	1000	1000	1000	1000
총 필름 두께 (μm)	4.8	4.8	4.6	4.6
표면조도 Ra (nm)				
위치 A	8.0	8.0	7.1	7.0
위치 B	8.0	8.0	7.0	7.0
표면층 두께 t (μm)				
위치 A	0.15	0.18	0.07	0.08
위치 B	0.18	0.21	0.08	0.10
복굴절율				
위치 A	0.010	0.016	0.010	0.016
위치 B	0.016	0.024	0.016	0.024
표면층 입자	실리카	실리카	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.27	0.27	0.14	0.14
함량 (중량%)	0.8	0.8	1.6	1.6
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.289	0.346	0.187	0.214
위치 B	0.346	0.404	0.214	0.267
D x W	0.216	0.216	0.224	0.224
관계식 (1)의 좌측값	0.011	0.015	0.021	0.029
$(t_B - t_A)/t_A$	0.200	0.167	0.143	0.25
관계식 (1)의 우측값	0.444	0.593	0.857	1.143
기층 입자	실리카	실리카	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.08	0.08	0.08	0.08
함량 (중량%)	0.18	0.18	1.8	1.8
권취성 A	A	A	A	A
권취성 B	AA	AA	A	A

필름 톨	실시예 3		비교예 1	
	1	2	1	2
필름폭 (mm)	1000	1000	1000	1000
총 필름 두께 (μm)	4.8	4.8	4.8	4.8
표면조도 Ra (nm)				
위치 A	9.8	9.7	8.0	7.2
위치 B	9.7	9.7	7.2	6.2
표면층 두께 t (μm)				
위치 A	0.21	0.23	0.15	0.15
위치 B	0.23	0.26	0.15	0.15
복굴절을				
위치 A	0.010	0.016	0.010	0.016
위치 B	0.016	0.024	0.016	0.024
표면층 입자	SR ²⁾	SR ²⁾	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.49	0.49	0.27	0.27
함량 (중량%)	0.4	0.4	0.8	0.8
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.300	0.329	0.289	0.289
위치 B	0.329	0.371	0.289	0.289
DxW	0.196	0.196	0.216	0.216
관계식 (1)의 좌측값	0.006	0.008	0.011	0.015
($t_B - t_A$)/ t_A	0.095	0.174	0	0
관계식 (1)의 우측값	0.245	0.327	0.444	0.593
기층 입자	실리카	실리카	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.08	0.08	0.08	0.08
함량 (중량%)	0.18	0.18	0.18	0.18
권취성 A	A	A	A	C
권취성 B	A	A	C	C

필름 롤	실시예 4		비교예 2	
	1	2	1	2
필름폭 (mm)	1000	1000	1000	1000
총 필름 두께 (μm)	15	15	15	15
표면조도 Ra (nm)				
위치 A	20.8	20.7	20.8	19.0
위치 B	20.7	20.6	19.0	16.9
표면층 두께 t (μm)				
위치 A	0.30	0.35	0.30	0.30
위치 B	0.35	0.42	0.30	0.30
복굴절을				
위치 A	0.032	0.040	0.032	0.040
위치 B	0.040	0.052	0.040	0.052
표면층 입자	C-Pst ¹⁾	C-Pst ¹⁾	C-Pst ¹⁾	C-Pst ¹⁾
평균 입경 (μm)	0.3	0.3	0.3	0.3
함량 (중량%)	6	6	6	6
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.548	0.639	0.548	0.548
위치 B	0.639	0.767	0.548	0.548
D x W	1.8	1.8	1.8	1.8
관계식 (1)의 좌측값	0.0133	0.02	0.0133	0.02
($t_b - t_a$)/ t_a	0.16	0.2	0	0
관계식 (1)의 우측값	0.533	0.8	0.533	0.8
기층 입자	-	-	-	-
평균 입경 (μm)	-	-	-	-
함량 (중량%)	-	-	-	-
권취성 A	A	A	A	C
권취성 B	A	A	C	C

필름 롤	실시예 5		실시예 6	
	1	2	1	2
필름폭 (mm)	1000	1000	1000	1000
총 필름 두께 (μm)	15	15	15	15
표면조도 Ra (nm)				
위치 A	10.6	10.6	10.9	10.9
위치 B	10.6	10.6	10.9	10.9
표면층 두께 t (μm)				
위치 A	0.23	0.25	0.27	0.29
위치 B	0.25	0.28	0.29	0.31
복굴절율				
위치 A	-0.003	0.004	-0.042	-0.039
위치 B	0.004	0.012	-0.039	-0.036
표면층 입자	SR ²⁾	SR ²⁾	SR ²⁾	SR ²⁾
평균 입경 (μm)	0.49	0.49	0.49	0.49
함량 (중량%)	0.4	0.4	0.4	0.4
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.329	0.357	0.386	0.414
위치 B	0.357	0.400	0.414	0.443
D x W	0.196	0.196	0.196	0.196
관계식 (1)의 좌측값	0.0071	0.008	0.003	0.003
($t_B - t_A$)/ t_A	0.087	0.12	0.074	0.069
관계식 (1)의 우측값	0.285	0.326	0.122	0.122
기층 입자	실리카	실리카	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.08	0.08	0.08	0.08
함량 (중량%)	0.09	0.09	0.09	0.09
권취성 A	A	A	A	A
권취성 B	A	A	A	A

[실시예 7~11]

에스테르 교환 촉매로서 아세트산 망간, 중합 촉매로서 삼산화 안티몬, 안정화제로서 인산, 및 윤활제로서 표 2에 나타난 입자의 존재하에 통상적인 방법에 준하여 디메틸 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 중합하여, 표면층 및 중심층용의, 고유 점도(σ -클로로페놀, 35°C)가 0.62dl/g인 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 수득한다.

상기 표면층용 및 중심층용의 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 170°C에서 3시간동안 건조시킨 다음, 공압출 제막기의 별도의 압출기에 공급하고, 3층 다이를 통해 압출하여 적층 미연신 필름을 수득한다. 폭방향에서의 각층의 두께비율을 변화시키기 위해, 매니폴드식 3층 다이의 각 오리피스부의 오리피스부의 간격이 폭방향으로 적절히 조정되도록 오리피스부를 배열한다.

상기 수득한 적층 미연신 필름을 종방향으로 4.1배 및 폭방향으로 3.7배 축차연신한다. 종방향 연신은 66°C의 저속 연신 롤 온도 및 IR 히터를 이용한 가열(표면 온도 : 830°C)하에서 수행된다. 폭방향 연신은 97°C에서 스텐터를 이용하여 수행된다. 또한, 이축 배향 필름을 220°C에서 열고정한다.

스텐터로부터 꺼낸 후에, 이축 배향 적층 필름의 폭은 1.2m이다. 필름을, 폭방향 중심 및 중심으로부터 500mm 떨어진 부분을 따라 슬릿한다. 폭이 500mm인 슬릿 필름을 각각 동일한 조건하에서 필름 길이가 9,000m인 롤의 형태로 권취하여 2개의 필름롤을 수득한다.

상술한 방법에 따라 상기 필름롤의 슬릿 필름의 하나에 자성층을 도포시키고, 자성층으로 도포된 필름을 캘린더 처리한 다음, 1/2 인치의 폭으로 슬릿한다. 수득된 슬릿 테이프를 동일한 조건하에서 권취한다.

표 2에 상기 테이프의 특성을 나타낸다.

[표 2]

	실시에 7	실시에 8
필름폭 (mm)	500	500
총 필름 두께 (μm)	10	10
표면조도 Ra (nm)		
위치 A	11.0	9.0
위치 B	11.0	9.0
표면층 두께 t (μm)		
위치 A	0.50	0.30
위치 B	0.57	0.37
복굴절을		
위치 A	0.022	0.022
위치 B	0.034	0.034
배향각 (°)		
위치 A	0	0
위치 B	11	11
표면층 입자	카올린	실리카
평균 입경 (μm)	0.8	0.6
함량 (중량%)	0.2	0.18
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.559	0.387
위치 B	0.704	0.581
D x W	0.16	0.108
관계식 (1)의 좌측값	0.0053	0.0071
$(t_B - t_A)/t_A$	0.140	0.233
관계식 (1)의 우측값	0.2121	0.283
기층 입자	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.1	0.1
함량 (중량%)	0.2	0.2
권취성 A	AA	A
권취성 B	AA	A

	실시예 9	실시예10	실시예11
필름폭 (mm)	500	500	500
총 필름 두께 (μm)	10	10	10
표면조도 Ra (nm)			
위치 A	10.0	12.9	12.4
위치 B	10.0	12.9	12.4
표면층 두께 t (μm)			
위치 A	0.50	0.70	1.2
위치 B	0.58	0.81	1.32
복굴절율			
위치 A	0.022	0.022	0.022
위치 B	0.034	0.034	0.034
배향각 (°)			
위치 A	0	0	0
위치 B	11	11	11
표면층 입자	Cal ³⁾	SR ²⁾	SR ²⁾
평균 입경 (μm)	0.9	0.6	1.5
함량(중량%)	0.2	0.6	0.08
t/\sqrt{D} : 위치 A	0.506	0.904	0.980
위치 B	0.632	1.046	1.078
D x W	0.18	0.36	0.12
관계식 (1)의 좌측값	0.0047	0.0071	0.0028
$(t_B - t_A)/t_A$	0.160	0.157	0.10
관계식 (1)의 우측값	0.189	0.283	0.113
기층 입자	실리카	실리카	실리카
평균 입경 (μm)	0.1	0.1	0.1
함량(중량%)	0.2	0.2	0.2
권취성 A	AA	A	A
권취성 B	AA	AA	A

표 1 및 2 에서,

C-Pst¹⁾ = 가교결합 폴리스티렌,

SR²⁾ = 실리콘 수지,

Cal³⁾ = 탄산 칼슘

을 나타낸다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

폴리에스테르 기층 (A) 및 폴리에스테르 기층 (A)의 하나 이상의 편면상에 적층된 폴리에스테르 표면층 (B)로 구성되며, 상기 폴리에스테르 표면층 (B)는 불활성 입자를 함유하고, 두께가 0.02~3 μm 이며, 표면 조도 Ra가 3~40nm이고, 표면층 (B)의 폭방향으로 500mm 거리를 따라 측정된 표면 조도 Ra 변동율이 5% 이하이며, 종방향 굴절율(n_{MD})과 폭방향 굴절율(n_{TD})과의 차인 복굴절율(Δn)이 증가함에 따라 필름의 폭방향 두께가 증가하고, 필름 폭방향에서 측정된 복굴절율이 최소인 표면층 (B) 상의 위치 A의 복굴절율 및 두께, 필름 폭방향에서 측정된 복굴절율이 최대인 표면층 (B) 상의 위치 B의 복굴절율 및 두께, 및 상기 두 위치간의 거리가 하기 식(1)을 만족함을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름 :

$$\frac{\Delta n_B - \Delta n_A}{2D} \times \sqrt{L} \leq \frac{t_B - t_A}{t_A} \leq \frac{20(\Delta n_B - \Delta n_A)}{D} \times \sqrt{L} \quad (1)$$

[식중, t_A 는 위치 A에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, t_B 는 위치 B에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이며, Δn_A 는 위치 A에서의 복굴절율이고, Δn_B 는 위치 B에서의 복굴절율이며, L은 위치 A 및 B간의 거리(m)이고, D는 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경이다]

청구항 2

제 1 항에 있어서, 표면층 (B) 상의 임의의 위치의 두께 $t(\mu\text{m})$ 및 표면층 (B)에 함유된 불활성 입자의 평균 입경 $D(\mu\text{m})$ 가 하기 식 (2) 및 (3)을 만족함을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름 :

$$0.1 \leq t/\sqrt{D} \leq 4 \quad (2)$$

$$0.01 \leq D \times W \leq 2 \quad (3)$$

청구항 3

제 1 항에 있어서, 필름 폭방향으로 측정된 배향각이 최소인 표면층 (B) 상의 위치 A'의 배향각, 필름 폭방향으로 측정된 배향각이 최대인 표면층 (B) 상의 위치 B'의 배향각, 표면층 (B)의 두께 및 상기 두 위치간의 거리가 하기 식 (4)를 만족함을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름 :

$$\frac{\theta_B - \theta_{A'}}{9.000} \times L' \leq \frac{t_B - t_{A'}}{t_{A'}} \leq \frac{\theta_B - \theta_{A'}}{0.9} \times L' \quad (4)$$

[식중, $t_{A'}$ 는 위치 A'에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, t_B 는 위치 B'에서의 표면층 (B)의 두께(μm)이고, $\theta_{A'}$ 는 위치 A'에서의 배향각($^\circ$)이고, θ_B 는 위치 B'에서의 배향각($^\circ$)이며, L' 는 위치 A' 및 B'간의 거리이다]

청구항 4

제 1 항에 있어서, 필름이 자기 기록 테이프용 베이스 필름임을 특징으로 하는 이축 배향 적층 폴리에스테르 필름.