(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 111032781 B
(45)授权公告日 2022.03.22

(21)申请号 201880051232.6
(22)申请日 2018.09.27
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111032781 A
(43)申请公布日 2020.04.17
(30)优先权数据
10-2017-0127954 2017.09.29 KR
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2020.02.06
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/KR2018/011353 2018.09.27
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2019/066448 KO 2019.04.04
(73)专利权人 可隆工业株式会社
地址 韩国首尔
(72)发明人 任秀珍 金亭淳 朴智用 黄永男
(74)专利代理机构 北京鸿元知识产权代理有限公司 11327
代理人 姜虎 陈英俊
(51)Int.Cl.
C08L 67/02(2006.01)
C08K 9/08(2006.01)
C08K 3/36(2006.01)
C08J 3/22(2006.01)
C08J 5/18(2006.01)
B29C 48/00(2019.01)
B29C 48/08(2019.01)
(56)对比文件
KR 20140002519 U,2014.04.30
KR 20130039028 A,2013.04.19
审查员 黄姗
权利要求书3页 说明书15页

(54)发明名称

聚酯聚合组合物,聚酯树脂母料片及使用该聚酯树脂母料片的聚酯膜

(57)摘要

本发明涉及聚酯聚合组合物,聚酯树脂母料片及使用该聚酯树脂母料片的聚酯膜,该聚酯聚合组合物进一步提高二氧化硅粒子,尤其是二氧化硅微粒的分散性且减少凝聚粒子的含量。

CN 111032781 B

1.一种聚酯聚合组合物,其中,

包括含有二醇成分以及二羧酸成分的单体组合物或者所述单体组合物的预聚合组合物以及二氧化硅浆料组合物,所述二氧化硅浆料组合物包含:含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物;二醇成分;以及二氧化硅粒子,

化学式1:

$R_1O(R_2O)_nR_3$

在所述化学式1中,所述R_1为C1-C18烃基,

所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基,当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时,氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量,

所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基,

所述n为1至50的整数。

2.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

在所述化学式1中,所述R_1为C1-C4烃基,

所述R_2O是单独的氧化乙烯基或者氧化乙烯基以及氧化丙烯基的混合,所述混合时,氧化乙烯基的含量大于氧化丙烯基的含量,

所述R_3选自C3-C4不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基,

所述n是10至40的整数。

3.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

所述酸或酸衍生物(b)是选自丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、马来酸、富马酸、柠康酸、中康酸、衣康酸、马来酸酐、马来酸烷基酯、乙酸乙烯酯、烯丙基磺酸、甲代烯丙基磺酸及它们的盐中的任意一种或两种以上的混合物。

4.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

所述共聚物进一步包含从选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、苯乙烯、对苯乙烯磺酸、茚、异丁烯、异戊二烯、N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺中的任意一种或两种以上的共聚单体(c)衍生的聚合单元。

5.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

所述共聚物粘度为1000至20000cP,皂化值为10至200mg KOH/g。

6.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

所述二氧化硅粒子的平均粒径是0.01至5μm。

7.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

在聚酯聚合组合物中,包含0.001至3重量%的所述二氧化硅粒子。

8.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

相对于聚酯聚合组合物所含的粒子含量,包含0.01至5重量%的所述共聚物。

9.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物,其中,

在所述二氧化硅浆料组合物中,平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量满足下述式1,

式1:

$P_2<P_1$

在所述式1中，P_1为不含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)，所述P_2为包含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)。

10.根据权利要求9所述的聚酯聚合组合物，其中，

在所述二氧化硅浆料组合物中，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量为1个/15ml以下。

11.根据权利要求1所述的聚酯聚合组合物，其中，

所述聚酯聚合组合物进一步包含选自催化剂、静电固定剂以及热稳定剂中的任意一种或两种以上的混合物，

其中，所述静电固定剂是选自醋酸镁、醋酸钠、醋酸钙、醋酸锂、磷酸钙、氧化镁、氢氧化镁、醇镁、醋酸锰以及醋酸锌中的至少一种。

12.一种聚酯树脂母料片，其中，

通过聚合选自权利要求1至11中任一项所述的聚酯聚合组合物而制备。

13.根据权利要求12所述的聚酯树脂母料片，其中，

在448μm×336μm面积内，所述聚酯树脂母料片的平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量为6个以下。

14.一种聚酯膜，其中，

通过熔融挤出并拉伸包含权利要求12所述的聚酯树脂母料片的聚酯组合物而制备。

15.根据权利要求14所述的聚酯膜，其中，

所述聚酯膜的厚度为10至300μm。

16.一种聚酯树脂母料片的制备方法，

包括将二氧化硅浆料组合物添加至酯化反应步骤或缩聚反应步骤而进行聚合的步骤，该二氧化硅浆料组合物包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及二氧化硅粒子，

化学式1：

$R_1O(R_2O)_nR_3$

在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，

所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基，当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时，氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量，

所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

所述n为1至50的整数。

17.根据权利要求16所述的聚酯树脂母料片的制备方法，其中，

所述共聚物进一步包含从选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、苯乙烯、对苯乙烯磺酸、茚、异丁烯、异戊二烯、N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺中的任意一种或两种以上的共聚单体(c)衍生的聚合单元。

18.根据权利要求16中所述的聚酯树脂母料片的制备方法，其中，

所述共聚物的粘度为1000至20000cP，皂化值为10至200mg KOH/g。

19.根据权利要求16所述的聚酯树脂母料片的制备方法，其中，

在缩聚反应前添加所述二氧化硅浆料组合物。

聚酯聚合组合物,聚酯树脂母料片及使用该聚酯树脂母料片的聚酯膜

技术领域

[0001] 本发明涉及聚酯聚合组合物,聚酯树脂母料片以及使用该聚酯树脂母料片的聚酯膜,该聚酯聚合组合物进一步提高二氧化硅粒子,尤其是二氧化硅微粒的分散性且减少凝聚粒子的含量。

背景技术

[0002] 通常,聚酯(Polyester),特别是聚对苯二甲酸乙二醇酯(Poly ethylene terephthalate,以下称为PET),由于其优秀的耐热性和机械强度、透明性、耐化学性等优点,用于膜、纤维、容器或者瓶、机械以及电子部件,与其它高功能性树脂相比,因其价格低廉,其用途以及使用量呈持续扩大的趋势。特别是,当前工业上制备的聚酯膜广泛用于磁记录介质用基膜、各种包装用材料以及其它工业用途,最近随着各种显示器用电子产品的发展,以光学用膜为主的市场正在扩大。

[0003] 最近,随着显示器电子产品的技术发展,用于其的光学用膜,例如,棱镜片材、光扩散片材、触摸屏基膜等需要更加优秀的亮度和清晰度,因此需要使抑制优秀的透明性和平滑性等的内部缺陷以及表面缺陷最小化的技术。

[0004] 此处,内部缺陷是仅限于本发明使用的定义,内部缺陷是指因存在于PET内部而带来其它折射率,引起光的反射、散射,从而降低PET透明性的因素。其原因可以是由无机金属、外部异物、粒子凝聚、碳化物等引起。另外,表面缺陷是指因存在于PET膜表面而不仅引起光的反射、散射而且在后续工艺中成为问题的划痕、表面凹凸等。

[0005] 将聚酯用于膜等时,为了对获取的膜赋予优秀的卷绕性,而添加粒子。但是,最近随着膜的薄膜化趋势,需要比以前更高的表面平坦性或缺陷少的特征。特别是,为了制备薄膜状的膜,而使用平均粒径小的二氧化硅微粒时,由于局部发生的二氧化硅粒子的凝聚,具体地,发生二氧化硅粒子之间或者二氧化硅粒子和作为催化剂添加的金属成分间的凝聚,在表面形成巨大凸起或膜成形时成为诸如鱼眼等缺陷。

发明内容

[0006] 技术问题

[0007] 本发明的目的在于,提供一种聚酯聚合组合物,其由于能够实现二氧化硅粒子的优秀的分散性,所以提高平均粒径更小的,具体为5μm以下的二氧化硅粒子的分散性且减少粒子的凝聚,从而在制备膜时,减少缺陷的数量。即,本发明的目的在于,提供一种聚酯组合物,其抑制二氧化硅粒子局部形成大凝聚,从而很少发生凝聚或不发生凝聚且二氧化硅粒子被均匀分散。

[0008] 另外,本发明的目的在于,提供一种聚酯膜,其通过使用所述聚酯树脂组合物而很少发生或几乎不发生内部缺陷。

[0009] 技术方案

[0010] 本发明的一实施方式中，聚酯聚合组合物包括含有二醇成分以及二羧酸成分的单体组合物或者所述单体组合物的预聚合组合物以及二氧化硅浆料组合物，

[0011] 所述二氧化硅浆料组合物包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及二氧化硅粒子，

[0012] 化学式1：

[0013] $R_1O(R_2O)_nR_3$

[0014] 在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，

[0015] 所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基，当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时，氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量，

[0016] 所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

[0017] 所述n为1至50的整数。

[0018] 本发明的另一实施方式是聚合所述聚酯聚合组合物而制备的聚酯树脂母料片。

[0019] 本发明的又一实施方式是通过熔融挤出并拉伸包含所述聚酯树脂母料片的树脂组合物而制备的聚酯膜。

[0020] 本发明的又一实施方式是聚酯树脂母料片的制备方法，包括添加二氧化硅浆料组合物而进行聚合的步骤，该二氧化硅浆料组合物包含含有从由所述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物、二醇成分以及二氧化硅粒子。

[0021] 发明效果

[0022] 本发明可以提高浆料中二氧化硅微粒的分散性以及分散稳定性，并且，将二氧化硅微粒添加到高温的缩聚工序时，抑制可能发生的二氧化硅微粒的再凝聚的效果非常优秀。

[0023] 另外，本发明的膜可以消除因二氧化硅微粒的凝聚而引起的缺陷，并由此提供可应用于光学膜等的膜

具体实施方式

[0024] 以下通过具体例或者实施例更详细地说明本发明。但是下述具体例或实施例只是用于详细说明本发明的一个参照，本发明并非限定于此，可以以各种方式实现。

[0025] 另外，除非另有定义，否则所有技术术语以及科学术语具有与本领域技术人员通常理解的含义相同的含义。本发明中用于说明的术语只是为了有效描述特定具体例，并非旨在限制本发明。

[0026] 另外，除非上下文中没有特别提及，否则说明书以及所附权利要求书中所使用的单数形态也包含复数形态。

[0027] 本发明的一实施方式包括含有二醇成分以及二羧酸成分的单体组合物或者所述单体组合物的预聚合组合物以及二氧化硅浆料组合物，

[0028] 所述二氧化硅浆料组合物包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及二氧化

硅粒子，

[0029] 化学式1：

[0030] $R_1O(R_2O)_nR_3$

[0031] 在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，

[0032] 所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基，当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时，氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量，

[0033] 所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

[0034] 所述n为1至50的整数。

[0035] 本发明的一实施方式中，在所述化学式1中，所述R_1为C1-C4烃基，

[0036] 所述R_2O可以是单独的氧化乙烯基或者氧化乙烯基以及氧化丙烯基的混合，所述混合时，氧化乙烯基的含量大于氧化丙烯基的含量，

[0037] 所述R_3选自C3-C4不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

[0038] 优选地，所述n可以是10至40的整数。

[0039] 本发明的一实施方式中，所述酸或酸衍生物(b)可以是选自丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、马来酸、富马酸、柠康酸、中康酸、衣康酸、马来酸酐、马来酸烷基酯、乙酸乙烯酯、烯丙基磺酸、甲代烯丙基磺酸及它们的盐中的任意一种或两种以上的混合物。

[0040] 本发明的一实施方式中，所述共聚物可以进一步包含从选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、苯乙烯、对苯乙烯磺酸、茚、异丁烯、异戊二烯、N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺中的任意一种或两种以上的共聚单体(c)衍生的聚合单元。

[0041] 本发明的一实施方式中，所述共聚物的粘度可以是1000至20000cP，皂化值可以是10至200mg KOH/g。

[0042] 本发明一实施方式中，所述二氧化硅粒子的平均粒径可以是0.01至5μm。

[0043] 本发明的一实施方式中，在聚酯聚合组合物中可以包含0.001至3重量%的所述二氧化硅粒子。

[0044] 本发明的一实施方式中，相对于聚酯聚合组合物所含的粒子含量，可以包含0.01至5重量%的所述共聚物。

[0045] 本发明的一实施方式中，在所述二氧化硅浆料组合物中，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以满足下述式1，

[0046] 式1：

[0047] $P_2<P_1$

[0048] 在所述式1中，P_1为不含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)，所述P_2为包含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)。

[0049] 本发明的一实施方式中，在所述二氧化硅浆料组合物中，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以是1个/15ml以下。

[0050] 本发明的一实施方式中，所述聚酯聚合组合物可以进一步包含选自催化剂、静电固定剂以及热稳定剂中的任意一种或两种以上的混合物。

[0051] 本发明的另一实施方式是聚合所述聚酯聚合组合物而制备的聚酯树脂母料片。

[0052] 本发明的一实施方式中，在448μm×336μm面积内，所述聚酯树脂母料片的平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以是6个以下。

[0053] 本发明的另一实施方式是通过熔融挤出并拉伸包含所述聚酯树脂母料片的树脂组合物而制备的聚酯膜。

[0054] 本发明的一实施方式中，所述聚酯膜的厚度可以是10至300μm。

[0055] 聚酯树脂母料片的制备方法包括将二氧化硅浆料组合物添加至酯化反应步骤或缩聚反应步骤而进行聚合的步骤，该二氧化硅浆料组合物包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及二氧化硅粒子，

[0056] 化学式1：

[0057] $R_1O(R_2O)_nR_3$

[0058] 在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，

[0059] 所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基，当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时，氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量，

[0060] 所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

[0061] 所述n为1至50的整数。

[0062] 本发明的一实施方式中，所述共聚物可以进一步包含从选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、苯乙烯、对苯乙烯磺酸、茚、异丁烯、异戊二烯、N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺中的任意一种或两种以上的共聚单体(c)衍生的聚合单元。

[0063] 本发明的一实施方式中，所述共聚物粘度可以是1000至20000cP，皂化值可以是10至200mg KOH/g。

[0064] 本发明的一实施方式中，可以在缩聚反应前添加所述二氧化硅浆料组合物。

[0065] 以下更加具体说明本发明的各个构成。

[0066] (聚酯聚合组合物)

[0067] 本发明的一实施方式中，所述聚酯聚合组合物是指为了制备聚酯树脂而添加至反应器的组合物。

[0068] 本发明的一实施方式中，所述聚酯聚合组合物包括二氧化硅浆料组合物，该二氧化硅浆料组合物含有：从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及包含二氧化硅粒子。

[0069] 更具体地，所述聚酯聚合组合物可以是通过与二羧酸成分和二醇成分的酯化或者酯交换反应，作为一例，可以是通过熔融缩聚法制备的常规的均聚聚酯或者共聚聚酯的组合物。

[0070] 一般，聚合聚酯树脂时，无机粒子能够以分散于二醇成分，更具体为乙二醇等的无机粒子浆料状态添加。使用二氧化硅作为所述无机粒子，以制备二氧化硅浆料组合物后，添加到聚酯树脂的聚合反应时，发生粒子的凝聚，从而在膜制备时，具有增加内部缺陷的问题。特别是，高温的缩聚反应时，添加所述浆料时，发生更加严重的粒子凝聚。

[0071] 本发明的发明人发现，通过包含含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物，从而能够进一步提高浆料中二氧化硅粒子的分散性，并在高温的缩聚反应时，即使添加浆料也能防止粒子发生凝聚，并由此解决在制备母料片以及膜时，由于硅的再凝聚而导致的内部缺陷。

[0072] 本发明一实施方式中，所述聚酯聚合组合物的第一实施方式可以是包括含有二醇成分以及二羧酸成分的单体组合物；以及二氧化硅浆料组合物，其中，所述二氧化硅浆料组合物可以包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分；以及二氧化硅粒子。

[0073] 所述聚酯聚合组合物的第二实施方式可以是包括含有二醇成分以及二羧酸成分的单体组合物的预聚合组合物以及二氧化硅浆料组合物，所述二氧化硅浆料组合物可以包含：含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物；二醇成分以及二氧化硅粒子。

[0074] 所述聚酯聚合组合物的第三实施方式可以是在所述第一实施方式或者第三实施方式中进一步包含催化剂，静电固定剂以及热稳定剂。

[0075] 所述聚酯聚合组合物的第四实施方式可以在所述第一实施方式至所述第三实施方式中进一步包含选自抗静电剂、辅助阻燃剂、颜料、染料、玻璃纤维、填充剂、耐热剂、抗冲助剂、荧光增白剂以及颜色改良剂中的任意一种或两种以上的混合物。

[0076] 所述第一实施方式至第四实施方式只是为了更加具体说明本发明的示例，并非限定于此。

[0077] 本发明的一实施方式中，所述静电固定剂以及热稳定剂等添加剂既可以在聚酯树脂的聚合时添加，也可以在熔融成型时添加，但是从为了使粒子均匀地分散在膜中，并且调节末端羧基含量以及二甘醇含量的观点上，优选在聚合时添加。在聚合时添加的情况下，添加时机可以是聚酯聚合时酯化交换反应步骤前或者从酯化交换反应终止后到缩聚反应初期，具体地，例如可以是固有粘度达到小于0.3以前的任意时机添加。更优选地，为了防止其自身再凝聚或者高分子化，分别溶解或完全混合于二醇成分，更具体为乙二醇中，从而以溶液或者浆料状态制备并添加。此时，优选以固体含量为3重量%以下的浓度制备浆料的浓度，因为此时能够有效防止再凝聚，但不限于此。

[0078] 本发明的一实施方式中，虽然不限定所述二羧酸成分，但是作为一例可以列举诸如丙二酸、琥珀酸、戊二酸、己二酸、辛二酸、癸二酸、十二烷二酸、二聚酸、二十烷二酸、庚二酸、壬二酸、甲基丙二酸以及乙基丙二酸等脂肪族二羧酸类；金刚烷二羧酸、降冰片烯二羧酸、异山梨醇、环己烷二羧酸以及萘烷二羧酸等脂环族二羧酸；对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、1,4-萘二甲酸、1,5-萘二甲酸、2,6-萘二甲酸、1,8-萘二甲酸、4,4'-二苯基二羧酸、4,4'-二苯基醚二羧酸、间苯二甲酸-5-磺酸钠、苯基茚满二羧酸、蒽二羧酸、菲二羧酸、9,9'-双(4-羧苯基)芴酸等芳族二羧酸的二羧酸成分，但并非限定于此。另外，可以单独使用或者将两种以上混合使用。更具体地，所述二羧酸成分可以是对苯二甲酸。

[0079] 本发明的一实施方式中，虽然不限定所述二醇成分，但是作为一例可以列举诸如乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,2-丁二醇、1,3-丁二醇等脂肪族二醇；环己烷二甲醇、螺二醇、异山梨醇等脂环族二醇；双酚A、双酚S、1,3-苯二甲醇、1,4-苯二甲醇、9,9'-双(4-羟苯基)芴、芳香族二醇等二醇；由多个所述二醇连接的灯，但并非限定于此。另

外，既可以将其单独使用，也可以根据需要而将两种以上混合使用。更具体地，所述二醇成分可以是乙二醇。

[0080] 本发明的一实施方式中，所述聚酯聚合组合物包含含有从由下述化学式1表示的聚氧化烯化合物(a)衍生的聚合单元以及从酸或酸衍生物(b)衍生的聚合单元的共聚物，从而提高二氧化硅粒子的分散性，且能够防止再凝聚，在高温的缩聚步骤中能够添加浆料，

[0081] 化学式1：

[0082] $R_1O(R_2O)_nR_3$

[0083] 在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，

[0084] 所述R_2O为选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合且必须包含氧化乙烯基，当混合所述氧化乙烯基和C1以及C3-C10的氧化烯基时，氧化乙烯基的含量大于C1以及C3-C10的氧化烯基的含量，

[0085] 所述R_3选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，

[0086] 所述n为1至50的整数。

[0087] 本发明的一实施方式中，在所述化学式1中，所述R_1为C1-C18烃基，具体可以选自C1-C18的烷基、C3-C18环烷基以及C6-C18芳基。更具体地，例如可以列举甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、戊基、异戊基、新戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一烷基、十二烷基、十三烷基、十四烷基、十五烷基、十六烷基、十七烷基、十八烷基、环己基、苯基以及苄基等。更具体地，可以是C1-C4烃基，但不限于此。

[0088] 本发明的一实施方式中，所述R_2O可以是选自C1-C10氧化烯基中的一种或者两种以上的混合，当其中必须包含氧化乙烯基时，对于二醇成分，更具体为乙二醇的亲和性优秀，进一步提高二氧化硅粒子的分散性，且防止凝聚，即使在缩聚反应时添加也能防止再凝聚。为所述两种以上的情况下，其附加形式可以是随机或块形态。

[0089] 其中，除了氧化乙烯基以外，进一步包含一种以上的其他种类的氧化烯基时，更优选氧化乙烯基的含量高于其它氧化烯基的含量，因为这对于在制备浆料时所添加的二醇成分，更具体为乙二醇的分散性以及混合性更加优秀，因而能够进一步提高粒子的分散性。更具体地，氧化乙烯基的含量包含51摩尔％以上，更加具体为包含51至99摩尔％，除了所述氧化乙烯基以外，氧化烯基的含量可以为1至49摩尔％。

[0090] 更具体地，所述R_2O可以是选自C2-C4的氧化烯基中的一种或者两种以上的混合，所述C2-C4的氧化烯基，例如可以是氧化乙烯基、氧化丙烯基、氧化丁烯基、氧化四亚甲基等。

[0091] 更具体地，所述R_2O可以是选自单独的氧化乙烯基或者氧化乙烯基和C3-C4的氧化烯基中的至少一种的混合。

[0092] 更加具体地，所述R_2O可以是单独的氧化乙烯基或者氧化乙烯基以及氧化丙烯基的混合，所述混合时，氧化乙烯基的含量可以大于氧化丙烯基的含量。

[0093] 本发明的一实施方式中，所述R_3可以选自氢、C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基，更具体地，选自C2-C5不饱和烃基、丙烯酰基以及甲基丙烯酰基。

[0094] 例如，所述C2-C5不饱和烃基可以列举乙烯基、烯丙基、异丙烯基、1-丙烯基、甲代烯丙基、3-丁烯基等。更具体地，可以是C3-C4不饱和烃基，更加具体地，可以是C3-C4的烯丙基以及甲代烯丙基。

[0095] 本发明的一实施方式中，所述n作为氧化烯基的平均加成摩尔数，可以是1至50，具体为5至45，更具体为10至40。在所述范围内，可以表达适合分散二氧化硅微粒的粘度，更具体地，能够提供粘度满足1000至20000cP，更优选2000至10000cP范围内的共聚物，但不限于此。粘度落在所述范围内时，处理良好且能够更进一步提高二氧化硅粒子的分散性，因此优选。所述粘度可以是根据后述的测量方法进行测量。

[0096] 本发明的一实施方式中，所述酸或酸衍生物(b)中，所述酸可以是羧酸或其盐，所述酸衍生物可以是酸酐、从酸酐获得的多元酸及它们的盐。

[0097] 更具体地，例如，所述酸或酸衍生物(b)可以是丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、马来酸、富马酸、柠康酸、中康酸、衣康酸、马来酸酐、马来酸烷基酯、乙酸乙烯酯、烯丙基磺酸、甲代烯丙基磺酸及它们的盐中的任意一种或两种以上的混合物。更具体地，所述酸或酸衍生物(b)可以选自马来酸、马来酸酐及它们的盐。

[0098] 本发明的一实施方式中，所述共聚物可以是共聚5～95摩尔％的聚氧化烯化合物(a)以及5～95摩尔％的酸衍生物(b)而制备的，但不限于此。另外，所述共聚物的重均分子量可以是500至100000，更加具体地，可以是1000至20000，但不限于此。

[0099] 本发明的一实施方式中，所述共聚物可以进一步包含从选自丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸丁酯、苯乙烯、对苯乙烯磺酸、茚、异丁烯、异戊二烯、N-苯基马来酰亚胺、N-环己基马来酰亚胺中的任意一种或两种以上的共聚单体(c)衍生的聚合单元。更具体地，所述共聚单体可以是苯乙烯。虽然不限制所述共聚单体(c)的含量，但是可以是1～50摩尔％。更具体地，所述共聚物可以是共聚1～95摩尔％的聚氧化烯化合物(a)、1～95摩尔％的酸或酸衍生物(b)以及1～50摩尔％的共聚单体(c)而制备的，但不限于此。

[0100] 本发明的一实施方式中，所述共聚物的粘度范围可以是1000至20000cP，更优选为1500至10000cP，在所述范围内，进一步提升二氧化硅粒子的分散性，且在制备聚酯聚合组合物时，提高与其它成分的混溶性，因此优选，但不限于此。

[0101] 本发明的一实施方式中，所述共聚物的皂化值范围可以是10至200mg KOH/g，具体为60至200mg KOH/g，更具体为100至150mg KOH/g。虽然所述皂化值越大越能提高与粒子的亲和性，但是当增加至规定量以上时，被预测为用于防止粒子之间凝聚的氧化烯结构相对变少，因此不能有效防止凝聚。因此，在所述范围内，能够有效防止粒子之间的分散性以及再凝聚，因此优选，但不限于此。

[0102] 本发明的一实施方式中，相对于聚酯聚合组合物所含的粒子含量，可以包含0.01至5重量％，更具体为0.1至3重量％的所述共聚物。当过量添加所述共聚物时，起杂质作用，从而可降低母料片的颜色以及反应速度等，当添加量过少时，不能有效显示分散性能。因此，所述范围为足以提升二氧化硅粒子分散性的含量，因此优选，但是不限于此。

[0103] 本发明的一实施方式中，为了赋予在制备膜时所需的防阻塞(Antiblocking)特性，所述聚酯聚合组合物可以包含无机粒子，更具体为二氧化硅粒子。虽然不限制所述二氧化硅粒子的平均粒径，但是平均粒径可以是0.01至5μm，更具体为0.1至3μm。通常，当使用所述范围的微粒时，发生粒子的再凝聚，从而发生很多内部缺陷，但是本发明的聚酯聚合组合物包含所述聚合物，从而可以大幅提高二氧化硅粒子的分散性，因此即使在使用所述平均粒径的微粒时，也能防止再凝聚的发生。另外，即使在更加频繁地发生无机粒子凝聚的高温

缩聚反应步骤中，也能够添加浆料。

[0104] 在聚酯聚合组合物中，所述二氧化硅粒子的含量可以为0.001至3重量%，更具体为0.1至2重量%，在所述范围内，可以达成光学膜中需要的雾度和滑动性，因此优选，但不限于此。

[0105] 本发明的一实施方式中，所述二氧化硅浆料组合物包含所述共聚物以及二氧化硅粒子，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以满足下述式1。

[0106] 式1：

[0107] $P_2<P_1$

[0108] 在所述式1中，P_1为不含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)，所述P_2为包含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量(个/15ml)。

[0109] 更具体地，所述二氧化硅浆料组合物中平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量为1个/15ml以下，更优选为0.5个/15ml以下。

[0110] 本发明的一实施方式中，当制备所述二氧化硅浆料组合物时，不限制所述共聚物的添加顺序。具体地，例如，为了将二氧化硅粒子分散于二醇成分，更具体地，分散于乙二醇，而添加后立即添加所述共聚物，或者将二氧化硅粒子充分分散于乙二醇后可以添加所述共聚物。

[0111] 本发明的一实施方式中，所述聚酯聚合组合物可以进一步包含选自催化剂、静电固定剂、热稳定剂、辅助阻燃剂、颜料、染料、玻璃纤维、填充剂、耐热剂、抗冲助剂、荧光增白剂以及颜色改良剂中的任意一种或两种以上的混合物，但不限于此。

[0112] 本发明的一实施方式中，所述催化剂不受限制，只要是在缩聚聚酯时所使用的催化剂即可，更优选地，可以使用锡、锑等金属催化剂。具体地，例如，可以使用锑化合物、锡化合物、钛化合物以及锗化合物等，可以单独使用或者将两种以上混合使用。所使用的所述催化剂的含量可以是聚酯聚合组合物中的80至400ppm，更优选为100至300ppm，在所述范围内反应性优秀，因此为优选，但不限于此。

[0113] 本发明的一实施方式中，所述静电固定剂(electrostatic pinning agent)不受限制，只要是常用的即可，但是优选使用金属类固定剂。更具体地，优选使用例如碱金属化合物、碱土金属化合物、锰化合物、钴化合物、锌化合物等，因为其静电活性大。具体地，例如可以使用醋酸镁、醋酸钠、醋酸钙、醋酸锂、磷酸钙、氧化镁、氢氧化镁、醇镁、醋酸锰、醋酸锌等，可以使用一种或者将两种以上混合使用。所使用的所述静电固定剂的含量可以是聚酯聚合组合物中的10至100ppm，更优选为10至50ppm，在所述范围内，不仅可以解决移动性，还可以消除内部缺陷，并可以制备雾度低的膜，因此优选，但不限于此。

[0114] 本发明的一实施方式中，所述热稳定剂不受限制，只要是本领域常用的即可，具体地，例如，可以使用磷化合物。具体例如可以使用磷酸三甲酯、磷酸三乙酯、磷酸等。所述磷化合物除了热稳定效果以外，可以进一步赋予提升固定性能的效果。所使用的所述热稳定剂的含量可以是聚酯聚合组合物中的10至150ppm，更优选为10至100ppm，在所述范围内，充分实现提升热稳定性以及固定性能改善效果，因此优选，但不限于此。

[0115] (聚酯树脂母料片及其制备方法)

[0116] 本发明的一实施方式中，聚酯树脂母料片是指包含无机粒子，具体包含二氧化硅

粒子的聚酯树脂片。通常，制备膜时，作为添加无机粒子的方法，在聚酯树脂的聚合时添加，或者熔融挤出树脂时添加，通过在聚酯树脂的聚合时添加，可以进一步提高无机粒子的分散性。本发明通过在聚合时添加包含所述共聚物的二氧化硅浆料组合物，可进一步提高二氧化硅粒子的分散性。

[0117] 本发明的一实施方式中，所述聚酯树脂母料片可以聚合上述的聚酯聚合组合物而制备。更具体地，可以是包含酯交换反应步骤以及缩聚反应步骤而制备。另外，可以进一步包括所述缩聚反应步骤后的固相聚合步骤而制备。

[0118] 本发明的一实施方式中，不限制所述二氧化硅浆料组合物的添加顺序，可以在酯交换反应步骤前或者缩聚反应步骤前添加。本发明包含所述共聚物，从而使二氧化硅浆料组合物中粒子的分散性非常优秀，并防止再凝聚的发生，即使在诸如缩聚反应的高温反应步骤中也能够添加，并且即使在缩聚反应步骤中添加，也几乎不发生粒子的再凝聚。

[0119] 制备本发明的聚酯树脂母料片的第一实施方式可以包括如下步骤：

[0120] 将二羧酸或其酯衍生物与二醇成分混合并进行酯化反应，以制备预聚物；以及

[0121] 向所述预聚物添加催化剂、静电固定剂、热稳定剂以及二氧化硅浆料组合物，以进行缩聚反应。

[0122] 制备本发明的聚酯树脂母料片的第二实施方式可以包括如下步骤：

[0123] 将二羧酸或其酯衍生物与二醇成分混合并进行酯化反应，以制备预聚物；

[0124] 向所述预聚物添加催化剂、静电固定剂、热稳定剂以及二氧化硅浆料组合物，以进行缩聚反应；以及

[0125] 进行固相聚合。

[0126] 本发明的一实施方式中，所述预聚物可以是低分子物质(低分子量低聚物)，更具体为BHET(bis-β-hydroxyethyl terephthalate，对苯二甲酸双羟乙酯)。

[0127] 虽然不限制所述预聚物的制备步骤，但是可以在170至270℃下进行，并且可以将在760至1500torr的加压下生成的水向反应器外部流出的同时进行。虽然不限制反应时间，但是可以是1至10小时。

[0128] 本发明的一实施方式中，虽然不限制所述缩聚反应，但是可以在250至290℃下进行，并且可以在1torr以下的减压下进行。虽然不限制反应时间，但是可以是1至10小时。

[0129] 本发明的一实施方式中，所制备的聚酯树脂母料片的固有粘度可以是0.6至0.9dL/g，在所述范围内制备膜时，制膜稳定性优秀，因此为优选，但不限于此。

[0130] 本发明的一实施方式中，所述聚酯树脂母料片中包含的平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量与不含所述共聚物的情况相比可以更少。更具体地，在448μm×336μm面积内，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以是6个以下，但不限于此。

[0131] (聚酯膜及其制备方法)

[0132] 本发明的一实施方式中，能够单独使用包含所述二氧化硅粒子的聚酯树脂母料片而制备膜，或混合包含所述二氧化硅粒子的聚酯树脂母料片与不含无机粒子的聚酯树脂片而制备膜。

[0133] 更具体地，可以添加所述聚酯树脂母料片的含量，使得最终膜中二氧化硅粒子的含量为0.001至3重量%，在所述范围内，优选提供渗透性优秀且滑动性以及移动性优秀的膜，但不限于此。

[0134] 本发明的一实施方式中，可以通过常规方法制备所述聚酯膜。更具体地，能够混合包含所述二氧化硅粒子的聚酯树脂母料片和不含无机粒子的聚酯树脂片，在挤出机中熔融挤出，以制备未拉伸片材，拉伸所述未拉伸片材，以制备膜。另外，可以进一步包括在所述拉伸后进行热定型以及松弛的步骤。

[0135] 本发明的实施方式中，所述聚脂膜将包含所述二氧化硅粒子的聚酯树脂母料片或者包含所述二氧化硅粒子的聚酯树脂母料片与不含无机粒子的聚酯树脂片作为表层，不含无机粒子的聚酯树脂片作为芯层，将芯层和位于所述芯层的一表面或者两表面的至少一层表层以层叠方式共挤出，从而可以制备多层膜。更具体地，可通过所述共挤出来制备未拉伸片材，通过拉伸所述未拉伸片材来制备膜。另外，可以进一步包括在所述拉伸后进行热定型以及松弛的步骤。

[0136] 本发明的一实施方式中，所述拉伸可以是单轴拉伸或双轴拉伸，所述双轴拉伸可以是沿着机械方向延伸后沿着宽度方向拉伸的多级拉伸，或者是沿着机械方向以及宽度方向同时拉伸的同时拉伸。虽然不限定所述拉伸比率，但是可以沿着机械方向拉伸1.1至10倍，更具体为2至5倍，沿着宽度方向拉伸1.1至10倍，更具体为4至6倍。在所述拉伸比中，由于进一步增加高分子结构的热尺寸稳定性，能够减少热收缩，因此优选，但不限于此。

[0137] 本发明的一实施方式中，所述聚酯膜可以在双轴拉伸后，在200～250℃下进行热处理并松弛1～10％。具体可以是热处理的同时赋予松弛，更加具体地，沿着宽度方向松弛1～10％，进一步具体地，松弛2～4％。在所述范围内，膜在宽度方向上保持紧张的状态，从而提高高分子结构的致密性，且减少基于热的变形，因此优选，但不限于此。

[0138] 本发明的一实施方式中，所述聚酯膜的厚度可以是10至300μm，更具体为15至200μm，但不限于此。

[0139] 本发明的一实施方式中，所述聚酯膜的平均粒径为10μm以上的凝固粒子的数量可以与不含所述共聚物的情况相比更少。具体地，在448μm×336μm面积内，平均粒径为10μm以上的凝聚粒子的数量可以是45个/$10m^2$以下，更具体为40个/$10m^2$以下。

[0140] 以下，基于实施例以及比较例，更加详细说明本发明。但是，下述实施例以及比较例只用于更加详细说明本发明的一个示例，并不限制于本发明的下述实施例以及比较例。

[0141] 以下物理性质通过下述测量方法来测量。

[0142] 1)浆料中凝聚粒子的数量

[0143] 利用粒子计数器(Coulter Counter，Beckman公司的Multisizer 4e)测量二氧化硅浆料组合物中10μm以上的粗粒子的数量。重复测量3次，并计算平均值。

[0144] 测量条件如下。

[0145] 电解质溶液：ISOTON(0.9％NaCl水溶液)

[0146] 孔径管尺寸(Aperture Tube Size)：100μm

[0147] 测量范围(Range)：2～60μm

[0148] 电解质中试样注入量：15μl

[0149] 测量量/1次：测量量/1次

[0150] 2)母料片中凝聚粒子的数量

[0151] 将制备成颗粒状的聚酯树脂母料片(Chip)熔融于载玻片(Slide glass)上制备厚度为40μm的样品，并利用DIC(Different Interferance Contrast，微分干涉)显微镜，以

200倍倍率观察基于凝聚粒子的缺陷，从而测量在448μm×336μm面积内，尺寸为10μm以上的凝聚粒子的数量。在共计5张显微镜照片中，对缺陷数量进行平均计算。另外，缺陷尺寸可以通过显微镜比例尺(Scale Bar)测量，并且基于缺陷的长轴进行测量。

[0152] 3)膜中凝聚粒子的数量

[0153] 在所制备的10m^{2}面积的膜上，利用偏光镜(Heidon社，Type 25W)使偏光板正交后，放置样品并观察，标记10μm以上所有闪光部位为内部缺陷。用显微镜(Leica DM2700M)以500倍率观察所述内部缺陷的形态，对具有凝聚粒子形态的异物进行分类后，测量异物的数量。

[0154] 4)固有粘度测量方法

[0155] 将0.4g的PET颗粒(样品)溶于100ml的异氟苯酚试剂中并溶解100分钟后，将其转移至乌氏粘度计(Ubbelohde)，在30℃恒温槽中保持10分钟，并利用粘度计和吸引器(aspirator)获得溶液的滴落秒数。以相同方法获得溶剂的滴落秒数后，通过下述式计算R.V.值以及I.V.值。

[0156] R.V.＝试样的滴落秒数/溶剂的滴落秒数。

[0157] $$I.V=\frac{1}{4}\frac{(R.V-1)}{C}+\frac{3}{4}\ln(\frac{R.V}{C})$$

[0158] 5)乙二醇亲和性

[0159] 将1g的下表1的共聚物添加到100ml的乙二醇中，搅拌10分钟后，用肉眼确认溶液的状态。

[0160] 良好：搅拌十分钟后，溶液透明且完全混合

[0161] 普通：搅拌十分钟后，显示浑浊，搅拌1个小时后变透明

[0162] 不良：搅拌十分钟后，未被混合且发生层分离

[0163] 6)皂化值

[0164] 根据ASTM D5558-95进行测量

[0165] 7)粘度

[0166] 将样品在25℃下准备后，在博勒飞粘度计(DV1MRVTJ0)安装64号主轴后，在50rpm下测量粘度。

[0167] 8)颜色(b*)

[0168] 利用色差仪(Color meter)确认膜颜色。在测量方法中，使用Konica Minolta(CM-512m3)装置，通过用于显示膜颜色的b*来比较膜颜色。

[0169] 以下用于制备例的共聚物的物理性质如下。

[0170] 表1

[0171]

	粘度（cP）	皂化值（mg KOH/g）	乙二醇亲和性	酸或酸衍生物（b）	共聚单体（c）	化学式1（a）			
						R_1	R_2O	R_3	n
共聚物（1）	2000	132	良好	马来酸酐	-	甲基	EO	烯丙基	11
共聚物（2）	10000	138	良好	马来酸酐	苯乙烯	甲基	EO	烯丙基	32
共聚物（3）	2000	58.6	不良	马来酸酐	-	甲基	EO / PO 50:50 摩尔	烯丙基	11
共聚物（4）	6000	56.3	不良	马来酸酐	苯乙烯	乙基	EO / PO 40:60 摩尔	烯丙基	28
共聚物（5）	2000	135	良好	马来酸酐	-	甲基	EO / PO 70:30 摩尔	烯丙基	13

[0172] 所述表1中EO为氧化乙烯，PO为氧化丙烯。EO/PO为氧化乙烯以及氧化丙烯的随机附加形态。所述苯乙烯以2摩尔％使用。

[0173] 实施例1

[0174] 1)二氧化硅浆料组合物的制备

[0175] 向99.23重量％的乙二醇添加7重量％的平均粒径为1.9μm的二氧化硅粒子，添加0.07重量％(相对于粒子含量为1重量％)的所述表1的共聚物(1)后，利用高速搅拌机，以3500rpm搅拌6小时，从而制备二氧化硅浆料组合物(1)。测量所制备的浆料中凝聚粒子的数量并显示在下表2中。

[0176] 2)聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片的制备

[0177] 对于100重量份的对苯二甲酸，将50重量份的乙二醇添加至酯化反应器后，在250℃下，以1100torr的压力加压4个小时，以使水向反应器外流出的同时，进行酯化反应，从而制备预聚物BHET(bis-β-hydroxyethyl terephthalate，对苯二甲酸双羟乙酯)。将反应中生成的水通过蒸馏塔来分离，并且将酯化反应结束后附加生成的乙二醇也通过蒸馏塔来分离。

[0178] 基于100重量份的所述制备的BHET树脂组合物，将150ppm的作为静电固定剂的乙酸镁和72ppm的作为热稳定剂的磷酸三甲酯混合并添加后，进一步添加200ppm的作为聚合催化剂的三氧化二锑以及使母料片中粒子含量达到7000ppm的二氧化硅浆料组合物(1)后，从250℃到285℃以60℃/hr缓慢升温的同时，在0.3torr的高真空下，进行4小时的缩聚反应，从而制备固有粘度(IV)为0.615的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片(1)。

[0179] 测量所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0180] 3)聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的制备

[0181] 将42.5重量％的所述聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片(1)和57.5重量％的不含粒子的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂片混合并通过挤出机熔融挤出后，制备片材。在95℃下，将所制备的片材沿着机械方向拉伸3.4倍，沿着横向拉伸4.0倍，在230℃下进行热处理，从而制备厚度为38μm的双轴拉伸膜。

[0182] 测量所制备的膜中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0183] 实施例2

[0184] 1)二氧化硅浆料组合物的制备

[0185] 所述实施例1中,除了使用所述表1的共聚物(2)代替共聚物(1)以外,以相同的方法制备二氧化硅浆料组合物(2)。测量所制备的浆料中凝聚粒子的数量并显示在下表2中。

[0186] 2)聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片的制备

[0187] 除了使用所述二氧化硅浆料组合物(2)以外,以与实施例1相同的方法制备聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片(2)

[0188] 测量所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片中凝聚粒子的数量并显示在下表3。

[0189] 3)聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的制备

[0190] 除了使用所述聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片(2)以外,以与实施例1相同的方法制备膜。

[0191] 测量所制备的膜中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0192] 实施例3至7

[0193] 1)二氧化硅浆料组合物的制备

[0194] 除了如下表2改变以外,以与实施例1相同的方法制备二氧化硅浆料组合物。测量所制备的浆料中凝聚粒子的数量并显示在下表2中。

[0195] 2)聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片的制备

[0196] 除了如下表3中记载的改变二氧化硅浆料组合物以替代所述实施例1中的二氧化硅浆料组合物(1)以外,以与实施例1相同的方法制备聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片。

[0197] 测量所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0198] 3)聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的制备

[0199] 除了将实施例1中的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片改变为各实施例中所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片并使用以外,以与实施例1相同的方法制备膜。

[0200] 测量所制备的膜中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0201] 比较例1至4

[0202] 1)二氧化硅浆料组合物的制备

[0203] 除了如下表2改变以外,以与实施例1相同的方法制备二氧化硅浆料组合物。测量所制备的浆料中凝聚粒子的数量并显示在下表2中。

[0204] 2)聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片的制备

[0205] 除了如下表2中记载的改变二氧化硅浆料组合物以替代所述实施例1中的二氧化硅浆料组合物(1)以外,以与实施例1相同的方法制备聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片。

[0206] 测量所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片中凝聚粒子的数量并显示在下表3。

[0207] 3)聚对苯二甲酸乙二醇酯膜的制备

[0208] 除了将实施例1中的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片改变为各实施例中所制备的聚对苯二甲酸乙二醇酯树脂母料片并使用以外,以与实施例1相同的方法制备膜。

[0209] 测量所制备的膜中凝聚粒子的数量并显示在下表3中。

[0210] 表2

[0211]

	共聚物	浆料	粒子平均粒径	浆料中粒子含量(重量%)	共聚物添加浓度(相对于粒子的重量%)	母料片中粒子添加量(ppm)	浆料中凝聚粒子数(ea/15ml，>10μm
实施例 1	共聚物(1)	(1)	1.9 μm	7	1	7000	0.3
实施例 2	共聚物(2)	(2)	1.9 μm	7	1	7000	0.3
实施例 3	共聚物(1)	(3)	1.9 μm	7	2	7000	0.3
实施例 4	共聚物(1)	(4)	1.9 μm	7	5	7000	0.4
实施例 5	共聚物(1)	(5)	0.6 μm	2.5	2	2000	0
实施例 6	共聚物(2)	(6)	0.6 μm	2.5	2	2000	0.6
实施例 7	共聚物(5)	(7)	1.9 μm	7	1	7000	0.5
比较例 1	未添加	(8)	1.9 μm	7	0	7000	1.3
比较例 2	共聚物(3)	(9)	1.9 μm	7	1	7000	2
比较例 3	共聚物(4)	(10)	1.9 μm	7	1	7000	2.3
比较例 4	未添加	(11)	0.6 μm	2.5	0	2000	1.5

[0212] 表3

[0213]

	浆料	母料片			膜			
		固有粘度(dL/g)	粒子含量(ppm)	凝聚粒子数量(个/0.15mm2)	粒子含量(ppm)	厚度(μm)	凝聚粒子数量(个/10m2)	颜色(b*)
实施例 1	(1)	0.615	7000	0.4	850	38	14	1.5
实施例 2	(2)	0.615	7000	4.2	850	38	32	1.6
实施例 3	(3)	0.615	7000	0.2	850	38	12	1.7
实施例 4	(4)	0.615	7000	2.5	850	38	20	2.2
实施例 5	(5)	0.615	2000	3.2	850	38	18	2.0
实施例 6	(6)	0.615	2000	3.5	850	38	28	1.9
实施例 7	(7)	0.615	7000	2.3	850	38	22	2.2
比较例 1	(8)	0.615	7000	6.2	850	38	48	1.5
比较例 2	(9)	0.615	7000	7	850	38	62	1.5
比较例 3	(10)	0.615	7000	7.4	850	38	70	1.6
比较例 4	(11)	0.615	2000	9.4	850	38	72	1.8

[0214] 如所述表2以及表3所示，确认了与使用没有添加共聚物的二氧化硅浆料组合物的比较例1比较，实施例1以及实施例2的凝聚粒子的数量明显减少。另外，确认了即使在高温

的缩聚反应时添加本发明的浆料,粒子的分散性也优秀。

[0215] 在比较例2以及比较例3中,随着使用与乙二醇的亲和性和与粒子的亲和性小的聚合物,与未使用聚合体的比较例1相比,凝聚粒子的数量反而增加。