

A4

C4

521032

申請日期	87年7月21日
案號	87111886
類別	B-9C 55/2, 0025/1

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

### 新 型

一、發明 名稱	中 文	雙軸定向積層聚酯膜
	英 文	Biaxially oriented laminate polyester film
二、發明 人	姓 名	(1) 小林家康 <input checked="" type="checkbox"/> 大澤利文
	國 籍	(1) 日本 <input checked="" type="checkbox"/> 日本
	住、居所	(1) 日本國神奈川県相模原市小山三丁目三七番一 九號帝人股份有限公司相模原研究中心內  <input checked="" type="checkbox"/> 日本國神奈川県相模原市小山三丁目三七番一 九號 帝人股份有限公司相模原研究中心內
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 帝人股份有限公司 帝人株式会社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國大阪府大阪市中央區南本町一丁目六番 七號
	代 表 人 姓 名	(1) 安居祥策

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權

日本 1997年 7月 22日 9-195750 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

### 發明詳述

本發明有關一種雙軸定向積層聚酯膜。更特別的是，其有關一種可以直接回收所收集之聚合物以製造一種膜（下文稱爲“自身回收性”）之雙軸定向積層聚酯膜，其作爲高密度磁性記錄介質之基底膜時，具有絕佳電磁轉化特性，而作爲基底膜時具有絕佳之捲繞與處理性質。

因爲由聚對苯二甲酸伸乙酯膜分類之雙軸定向聚酯膜物理性質與化學性質絕佳之故，其可作爲廣泛應用，尤其是作爲磁性記錄介質之基底膜。

隨著近來提高磁性記錄介質之密度與容量之努力，需要一種更平坦與更薄之基底膜。不過，當基底膜表面平坦化以維持良好電磁轉化特性時，其滑動性變得不足。例如，當滾壓該基底膜時，其會變皺或具有塊狀物，結果該膜滾筒變得不均勻，因此降低產物產率，使張力適當範圍變窄，使得捲繞該基底膜變得相當困難。當該膜之滑動性在膜處理步驟中降低時，該基底膜與金屬滾筒之摩擦力提高，因此產生磨蝕粉塵，其致使磁性記錄訊號或輸出漏失。

爲改良聚酯膜之滑動性，通常使用下列兩種使該膜表面不均勻之方法：（i）在製造過程中，自殘留之觸媒沉積惰性粒子在膜上及（ii）結合惰性粒子。一般而言，包含在該膜中之粒子大小與含量愈大，愈可以改良該膜之滑動性。

不過，如前文所述，基底膜之表面必須儘可能均勻以改良電磁轉化特性。由具有粗糙表面之基底膜形成磁性記

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明(2)

錄介質時，即使在形成磁性層之後，該基底膜表面之不均勻會顯現在磁性層表面，因此使電磁轉化特性變差。

為改良呈對立之捲繞性質與電磁轉化特性，有一種廣為人知用於基底膜積層之方法，其中在基底膜一表面上形成磁性層，平坦化該膜以改善電磁轉化特性，並使另一表面粗糙化以改善滑動性。

此實例中，在磁性層形成一側使用具有小粒子直徑之潤滑劑或者減少潤滑劑之添加量，以平坦該層該側，然而在不形成磁性層的另一側（轉動表面側）使用大直徑潤滑劑或是提高潤滑劑之添加量，以粗糙化該層該側。

即，該塗層表面側之平坦層與轉動表面側之粗糙層所使用之潤滑劑特性諸如其種類、粒子直徑與用量大不相同。

在單層膜情況中，回收製造方法所產生之膜廢料，並將之製成小片狀，該製得之小片可以直接回收用以製造該膜。不過，在積層膜情況中由積層膜所回收之潤滑劑組成物與粗糙層與平坦層之潤滑劑組成物不同。因此，使用此等小片製造積層膜時，由回收小片製成之潤滑劑組成物層會改變，導致該膜特性改變。

不過，目前已提出使用自三層積層膜中間層部分（核心層部分）的積層膜所回收之小片。

然而，此方法中該中間層部分必須厚到足以消耗自該積層膜所回收之小片與自該三層積層膜所回收之小片。因此，該結果示於表層積層膜會變得相當厚。當該中間部分

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

### 五、發明說明(β)

使用含大粒子直徑之潤滑劑或大量潤滑劑時，其會影響表面層部分突出之形成。因此，小片之用途受到限制。

如前文所述，目前需要密度與容量較大之磁性記錄介質與厚度較小之基底膜。因此，上述三層積層膜之厚度減小，而且實質上自積層膜回收之小片難以應用於上述三層膜之中間層。

因此，目前情況係丟棄由該積層膜回收之小片，如此提高該膜之成本。此種廢棄膜係以工業廢棄物丟棄，但是現在已經難以丟棄此等膜。

本發明目的係提出一種雙軸定向積層聚酯膜，其可以直接回收作為製造膜之再製聚合物，即其提供一種具有自身回收性之雙軸定向積層聚酯膜。

本發明另一目的係提出一種雙軸定向積層聚酯膜，其具有自紙回收性與絕佳之捲繞及處理性質，而且可以作為具有良好電磁轉化特性之高密度磁性記錄介質的基底膜。

由下列說明可明白本發明其他目的與優點。

根據本發明，由聚酯組成物組成且兩個相鄰層表面粗糙度不同之雙軸定向積層聚酯膜可以達成本發明上述目的與優點，其中：

每層包含至少兩種不同潤滑劑粒子，其中一層潤滑劑粒子外側兩個構件與另一層潤滑劑粒子外側之兩個構件均分別具有相同基質與相同平均粒子直徑，而且其含量符合下列關係式(1)至(3)：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(4)

$$W_A(I) / W_A(II) = (0.95 \sim 1.05) \times W_B(I) / W_B(II) \quad (1)$$

$$W_A(I) < W_B(I) \quad (2)$$

$$W_A(II) < W_B(II) \quad (3)$$

其中

$W_A(I)$  係第一層(A層)所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量(wt%)， $W_A(II)$  係第一層所含潤滑劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量(wt%)， $W_B(I)$  係第二層(B層)所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量(wt%)， $W_B(II)$  係第二層所含潤滑劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量(wt%)。

本發明之聚酯係一種芳族聚酯，其包含一種芳族二羧酸作為主要組份，一種脂族乙二醇作為主要乙二醇組份。該聚酯實質上為直鏈，而且具有成膜性質，尤其是熔融模製之成膜性質。該芳族二羧酸之說明實例包括對苯二甲酸、奈二羧酸、異苯二甲酸、二苯氧基乙烷二羧酸、二苯基二羧酸、二苯基醚二羧酸、二苯基颯二羧酸、二苯基酮二羧酸、恩二羧酸、等。脂族乙二醇之說明實例包括具有2至10個碳原子之聚甲二醇，諸如乙二醇、三甲二醇、四甲二醇、五甲二醇、六甲二醇與十甲二醇；以及脂環二醇類，諸如環己烷二甲醇。

較佳聚酯係包含對苯二甲酸伸烷酯或奈酸伸烷酯作為

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(5)

主要組份之聚酯。該聚酯包含佔整體二羧酸組份 80 莫耳 % 或以上數量之聚對苯二甲酸伸乙酯、聚對苯二甲酸伸乙基 - 2, 6 - 奈二羧酸，及佔整體乙二醇組份 80 莫耳 % 或以上數量之乙二醇尤佳。20 莫耳 % 或以下該酸組份可為對苯二甲酸或 2, 6 - 奈二羧酸以外之上述芳族二羧酸；脂族二羧酸類，諸如己二酸與癸二酸；脂環二羧酸類，諸如環己烷 - 1, 4 - 二羧酸等。20 莫耳 % 或以下乙二醇組份可為乙二醇以外之上述乙二醇類；芳族二醇類，諸如對苯二酚、間苯二酚與 2, 2 - 雙(4 - 羥基苯基)丙烷；具有芳族環之脂族二醇類，諸如 1, 4 - 二羥基二甲基苯；聚烷二醇類(聚氧烷二醇類)，諸如聚乙二醇、聚丙二醇與聚四甲二醇等。

本發明之聚酯包括共聚或鍵結一種衍生自氧羧酸組份所製得之聚酯類，該氧羧酸諸如芳族氧羧酸，例如羥基苯酸與脂族氧酸，例如  $\omega$  - 羥基己酸，其用量佔二羧酸組份與氧羧酸組份總量 20 莫耳 % 或以下。

本發明之聚酯另外包括共聚一種具有 3 或以上個官能基之聚羧酸或聚羥基化合物製得之聚酯類，該酸或化合物係諸如苯偏三酸或季戊四醇，其用量實質上為線性，例如佔酸組份總量 20 莫耳 % 直以下。

上述聚酯本身為習知者，而且可以習知方法製造。

上述聚酯具有特性粘度為佳，其於 0.4 至 0.9，0.5 至 0.7 更佳，0.51 至 0.65 尤佳之之 35 °C 鄰 - 氯酚測量。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( )

本發明之雙軸定向積層聚酯膜包括第一層，即 A 層與第二層，即 B 層。此二層之聚酯可相同或不同，但是相同為佳。

本發明之雙軸定向積層聚酯膜具有自身回收性，可收集該膜用以回收製造，而且該膜兩個表面粗糙度不同。該回收膜可用於 A 層。

本發明中，積層膜 A 層與 B 層之聚合物包含至少兩種不同潤滑劑粒子。第一層潤滑劑粒子外側兩個構件與第二層潤滑劑粒子外側之兩個構件均分別具有相同基質與相同平均粒子直徑。相同基質意指兩種不同潤滑劑粒子係衍生自相同化學種類，而相同粒子直徑當然意指兩種不同潤滑劑粒子具有相同平均粒子直徑。

此二層各者所包含之上述兩種潤滑劑粒子另外具有下列關係式 ( 1 ) 至 ( 3 ) 。

$$W_A(I) / W_A(II) = (0.95 \sim 1.05) \times W_B(I) / W_B(II) \quad (1)$$

$$W_A(I) < W_B(I) \quad (2)$$

$$W_A(II) < W_B(II) \quad (3)$$

其中  $W_A(I)$  係第一層 ( A 層 ) 所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量 ( w t % )， $W_A(II)$  係第一層所含潤滑劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量 ( w t % )， $W_B(I)$  係第二層 ( B 層 ) 所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量 ( w t % )， $W_B(II)$  係第二層所含潤滑

## 五、發明說明 ( )

劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I I 含量 ( w t % ) 。

即，使 A 層包含之潤滑劑含量小於 B 層包含之潤滑劑含量 ( 上述關係式 ( 2 ) 與 ( 3 ) ) ，形成塗覆記錄層表面之 A 層 ( 平坦層 ) 會比形成滾動表面之 B 層 ( 粗糙層 ) 平坦，因此可以改善該膜之電磁轉化特性與捲繞及處理性質。

當 A 層所包含潤滑劑含量與 B 層所包含潤滑劑含量滿足上述關係式 ( 1 ) 時，可製得具有自身回收性之積層聚酯膜。下列關係式 ( 1 ) 中，( 0 . 9 5 ~ 1 . 0 5 ) 之值係表示誤差為 5 % 或以下之係數，其係於添加或稱重潤滑劑時無法避免之現象。

即，以一種無法滿足上述關係式之組成物重複回收循環時，該潤滑劑組成物會開始與最初組成物不同，而且必須將所形成之潤滑劑組成物調整成其最初組成物，因此會干擾方法控制與品質控制。

根據本發明，提出一種雙軸定向聚酯膜，其中形成第一層之聚酯組成物係具有與本發明積層聚酯膜相同組成之回收聚酯組成物。

本發明 A 層與 B 層所包含之潤滑劑粒子無特殊限制，但是至少有兩種不同潤滑劑粒子。該潤滑劑係多組份潤滑劑為佳，其包含不影響電磁轉化特性之較少量較大粒子及比較大粒子更大量之較小粒子以提供滑動性。當該潤滑劑係僅由較小粒子組成之單一組份潤滑劑時，無法獲得充分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明(β)

空氣擠壓作用，而且捲繞及處理性質亦不足。當該單一組份潤滑劑係由中等大小粒子或大粒子組成而且大量使用時，其電磁轉化特性變差，當小量使用時，所形成膜之滑動性不足。因此，單一組份潤滑劑難以同時兼顧良好電磁轉化特性與滑動性。

上述積層膜所包含之潤滑劑粒子以耐熱性聚合物粒子及／或球形氧化矽粒子為佳。較大粒子係耐熱性聚合物粒子或球形氧化矽，而較小粒子係球形氧化矽更佳。耐熱性聚合物粒子之說明實例包括交聯聚苯乙烯樹脂粒子、交聯聚矽氧樹脂粒子、交聯丙烯酸樹脂粒子、交聯苯乙烯-丙烯樹脂粒子、交聯聚酯粒子、聚醯胺粒子、三聚氰胺樹脂粒子等。其中，因為本發明積層膜包含交聯聚苯乙烯樹脂粒子與交聯聚矽氧樹脂粒子時本發明之效果更為顯著，所以以此者為佳。

使用上述耐熱性粒子與球形氧化矽粒子時，會形成具有與聚酯類親和力而且大小相當均勻對突出物，因此改良該膜之滑動性、耐磨蝕性與電磁轉化特性。

第一層與第二層聚酯組成物所包含具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之平均粒子直徑係 0.1 至 2.0  $\mu\text{m}$  為佳，0.2 至 1.0  $\mu\text{m}$  更佳，0.2 至 0.6  $\mu\text{m}$  尤佳。

第一層聚酯組成物所包含具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量 ( $W_A(I)$ ) 佔聚酯組成物 0.0005 至 0.6 wt% 為佳，0.001 至 0.3 wt% 更佳，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明( )

0.002 至 0.2 wt % 尤佳。

第二層聚酯組成物所包含具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量 ( $W_B(I)$ ) 佔聚酯組成物 0.005 至 1.0 wt % 為佳，0.01 至 0.5 wt % 更佳，0.02 至 0.4 wt % 尤佳。

第一層與第二層聚酯組成物所包含具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之平均粒子直徑係 0.01 至 1.0  $\mu m$  為佳，0.02 至 0.6  $\mu m$  更佳，0.05 至 0.3  $\mu m$  尤佳。

第一層聚酯組成物所包含具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量 ( $W_A(II)$ ) 佔聚酯組成物 0.005 至 1.0 wt % 為佳，0.01 至 0.5 wt % 更佳，0.02 至 0.3 wt % 尤佳。

第二層聚酯組成物所包含具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量 ( $W_B(II)$ ) 佔聚酯組成物 0.05 至 2.0 wt % 為佳，0.1 至 1.0 wt % 更佳，0.2 至 0.5 wt % 尤佳。

第一層與第二層各種聚酯組成物所包含具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子標準差值係 0.5 或以下，0.4 或以下更佳。其中所包含具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子標準差值係 0.5 或以下，0.2 或以下更佳。

本發明積層聚酯膜之第一層 A 層與第二層 B 層之聚合物特性粘度差異係 0.10 或以下為佳，0.05 或以下更佳，0.02 或以下尤佳。當該差異大於 0.10 時，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明(10)

於膜形成作用中該差異容易使該聚合物之連接點產生流動性，結果使A層與B層的橫向厚度不均勻，使A層與B層橫向之表面性質變得不均勻。

本發明中，該雙軸定向積層聚酯膜之粗糙層與平坦層之表面粗糙度並無特殊限制。不過，使用其作為高密度磁性記錄介質（尤其是高密度數位磁性記錄介質）之基底膜時，A層之表面粗糙度（ $WRa(A)$ ）係0.5至5nm為佳，1.0至4.5nm更佳，2.0至4.0nm尤佳。當 $WRa(A)$ 大於5.0nm時，無法獲得充分電磁轉化特性。另一方面， $WRa(A)$ 小於0.5nm時，所形成膜之滑動性變差而且無法獲得充分縱割產率。此外，膜或帶製造方法中平坦表面與傳動滾筒系統間之滑動性變差，然後會因傳動失敗而致使該膜或帶皺折，因而大幅降低產物產率。

粗糙層之 $WRa(B)$ 係2.0至7.0nm為佳，4.0至6.0nm更佳，4.5至5.5nm尤佳。當 $WRa(B)$ 小於2.0nm時，所形成膜之滑動性低，而且無法獲得充分縱割產率。另一方面， $WRa(B)$ 大於7nm時，平坦表面突出物之影響變大，平坦表面變粗糙，無法獲得充分之電磁轉化特性。

本發明之積層聚酯膜縱向與橫向之楊氏模數為450至2,000kg/mm<sup>2</sup>為佳，橫向楊氏模數對縱向楊氏模數之比率係0.4至3.0。縱向與橫向之楊氏模數為550至1,200kg/mm<sup>2</sup>更佳，600至900

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明(11)

$\text{kg} / \text{mm}^2$  最佳。橫向楊氏模數對縱向楊氏模數之比率係 0.5 至 2.5 更佳，0.6 至 1.6 尤佳。

當該膜之縱向楊氏模數小於  $450 \text{ kg} / \text{mm}^2$  時，磁性帶之縱向強度變弱，結果當其固定在硬體上而且縱向受到強大拉力時該磁性帶容易斷裂。另一方面，橫向之楊氏模數小於  $450 \text{ kg} / \text{mm}^2$  時，磁性帶之橫向強度變弱，該帶與磁頭之接觸不足，因此無法獲得符合需求之電磁轉化特性。此外，縱向或橫向楊氏模數至少一者大於  $2,000 \text{ kg} / \text{mm}^2$  時，因膜形成時間之拉伸比率高之故，所形成膜會破裂，因此大幅降低產物產率。

當橫向楊氏模數對縱向楊氏模數之比率小於 0.4 時，所形成之磁性帶橫向強度不足，該帶與磁頭之接觸變得不充分，無法得到符合需求之電磁轉化特性。另一方面，當橫向楊氏模數對縱向楊氏模數之比率大於 3.0 時，所形成磁性帶之橫向強度不足，因此當該帶固定在硬體上而且縱向受到強大拉力時其容易破裂。

本發明之聚酯並無特殊限制，但是以聚對苯二甲酸伸乙酯與聚伸乙基 - 2, 6 - 奈二羧酸酯為佳。尤其是使用聚伸乙基 - 2, 6 - 奈二羧酸酯更有利於製得厚度為  $6 \mu\text{m}$  或以下及楊氏模數高之雙軸定向膜。

本發明之積層膜總厚度為佳特殊限制。不過，使用本發明積層膜作為高密度磁性記錄介質之基底膜時，該積層膜之總厚度係 2 至  $10 \mu\text{m}$  為佳，3 至  $7 \mu\text{m}$  更佳，3 至  $6 \mu\text{m}$  最佳。當該厚度大於  $10 \mu\text{m}$  時，可固定在卡帶之磁性

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(12)

帶長度小，無法獲得充分之記錄容量。另一方面，當該厚度小於  $2\ \mu\text{m}$  時，所形成之膜經常於膜形成時破裂，該膜之捲繞性質差，因此大幅降低產率。此外，該平坦層變薄時，粗糙層突出物對平坦層之影響變大，無法獲得充分電磁轉化特性。

本發明之積層膜中，第一層之厚度大於第二層之厚度為佳，而第二層之厚度係  $0.1$  至  $5\ \mu\text{m}$ 。

使用本發明之雙軸定向積層聚酯膜作為高密度磁性記錄介質或高密度數位記錄介質（諸如資料卡帶或數位錄影帶）之基底膜為佳。

本發明之雙軸定向積層聚酯膜可以根據習知之方法或先前技藝累積之方法製造。例如，先製備一種未定向積層膜，然後雙軸定向所形成膜製得該雙軸定向積層聚酯膜。此未定向積層膜可由習知用以製造積層膜之方法製造。例如，可使用一種在聚酯類熔融或經由冷卻固化之狀態下將形成粗糙表面之聚酯層與形成背面表面（平坦表面）之聚酯層層壓在一起的方法。尤特別的是，可以使用諸如共擠製、擠製層壓等方法製造該積層膜。

上述方法獲得之未拉伸積層膜可以根據用以製造雙軸定向膜之習用方法形成雙軸定向膜。例如，於介於熔點（ $T_m$ ： $^{\circ}\text{C}$ ）與（ $T_m + 70$ ） $^{\circ}\text{C}$  之溫度下熔融聚酯類並共擠製，製得未拉伸積層膜，然後在介於（ $T_g - 10$ ） $^{\circ}\text{C}$  與（ $T_g + 70$ ） $^{\circ}\text{C}$ （ $T_g$ ：聚酯類之玻璃化溫度）溫度下以單軸方向（縱向或橫向）拉伸該未拉伸積層膜

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

### 五、發明說明 (13 )

2 . 5 倍或以上，3 倍以上為佳，然後在介於  $T_g$  °C 與 ( $T_g + 70$ ) °C 溫度下，以與上述拉伸方向垂直之方向拉伸 2 . 5 倍或以上，3 . 0 倍或以上為佳。若情況需要，所製得雙軸定向積層膜另外以縱向及 / 或橫向進一步拉伸。以面積拉伸比率來看，拉伸總比率係 9 倍或以上為佳，1 2 至 3 5 倍更佳，1 5 至 3 0 倍尤佳。該雙軸定向膜可以在介於 ( $T_g + 70$ ) °C 與 ( $T_m - 10$ ) °C 之溫度，例如介於 1 8 0 °C 與 2 5 0 °C 之下另外加熱固定。加熱固定時間以 1 至 6 0 秒為佳。

可以如下文般測量本發明各種物理性質與特性。

#### ( 1 ) 粒子之平均粒子直徑 ( D P )

以低溫電漿蝕刻處理 ( 例如，Yamato Kagaku Co., Ltd 之 P 3 - 3 型 ) 去除該膜之聚酯，曝露出粒子。選擇處理條件，確使該聚酯灰化但是粒子未受損害。在一 S E M ( 掃描電子顯微鏡 ) 下觀察露出之粒子，並以一影像分析器分析該粒子影像 ( 由該粒子形成之光與影 ) 。下列數值處理係以多個觀察位置 5 , 0 0 0 或以上個粒子進行，以關係式 ( 4 ) 獲得之數量平均粒子直徑  $d$  作為平均粒子直徑。

$$d = \Sigma d_i / n \quad ( 4 )$$

其中  $d_i$  係該粒子之等圓周直徑 (  $\mu m$  ) ，而  $n$  係該粒子數量。

#### ( 2 ) 粒子含量

將一個樣本溶解於可溶解該聚酯但不溶解該粒子之溶

( 請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁 )

裝

訂

線

## 五、發明說明(14)

劑中，以離心作用自所形成之溶液分離該粒子，該粒子之數量對總數量之比率（wt%）係該粒子之含量。

### (3) 層厚度

包含在表層高達 3,000 nm 深度範圍內之膜中最高度濃縮粒子衍生之元素（ $M^+$ ）對該聚酯中碳元素（ $C^+$ ）之濃度比率（ $M^+/C^+$ ）被視為粒子濃度，而且使用第二離子質量光譜計（SIMS）分析厚度方向高達 3,000 nm 深度之表面部分。雖然界面表層之粒子濃度低，但是與表面距離愈遠該濃度愈高。到達最大值時，該粒子濃度再度開始下降。以此濃度曲族為基準，測量是表層粒子濃度兩倍的最大值深度（該深度比粒子濃度最大值之深度更深），並以其作為表層厚度。

測量條件如下。

第一離子種類： $O_2^+$

第一離子加速電壓：12KV

第一離子電流：200 nA

光澤區：400  $\mu m^2$

分析區：閘極之 30%

真空度測量標準： $6.0 \times 10^{-3}$  托耳

E 槍：0.5KV - 3.0A

當包含在表層至 3,000 nm 深度之最大量粒子係有機聚合物粒子時，很難以 SIMS 測量。因此，以 XPS（X 射線光電子光光譜術）、IR（紅外線光譜術）等測量與上述相同深度計劃，獲得自表面蝕刻時之表層

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明 (15 )

厚度。

### ( 4 ) 膜之總厚

以粉塵不會進入膜間之方式將十片膜放置在一起，然後以間歇電子顯微鏡測量膜之總厚，計算每層膜之厚度。

### ( 5 ) 楊氏模數

自該膜剪下寬 1 0 m m 長 1 5 c m 之樣本，以一 Instron 型一般試驗器於夾盤間隔 1 0 0 m m 下拉扯該樣本，拉扯率為 1 0 m m / m i n ，製圖率為 5 0 0 m m / m i n 。由所得之負重延伸曲線之上升部分切線計算楊氏模數。

### ( 6 ) 電磁轉化特性

使用下列裝置記錄頻率為 7 . 4 M h z 之訊號，重現訊號中 6 . 4 M h z 值對 7 . 4 M H z 值之比率作為該帶之 C / N ，當實施例 1 之 C / N 為 0 d B 時獲得相對 C / N 值，其以下列方式評估。

◎：+ 3 d B 或以上

○：- 1 至 + 3 d B

×：小於 - 1 d B

所使用裝置

8 m m 錄影機：Sony Corp.之 E D V - 6 0 0 0 。

C / N 測量：Shibasoku Co., Ltd.之噪音計。

### ( 7 ) 聚合物之特性粘度

自該積層膜刮下粗糙層或平坦層，並於 3 5 ° C 鄰氯酚中測量各種所製得聚合物的特性粘度。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(16)

### (8) 縱割產率

將該膜縱割成寬 70 mm 長 7,000 m，當 20 條以上該膜捲繞在一滾筒時可求得縱割產率，並以下列標準為基礎評估之。

#### 縱割產率

◎：90% 以上

○：70% 以上 90% 以下

×：70% 以下

### (9) 表面粗糙度 (WRa, WRz)

使用 WYCO Co. 之非接觸型 3-D 粗糙度計 (TOPO-3D)，在測量面積為  $242 \mu\text{m} \times 239 \mu\text{m}$  ( $0.058 \text{ mm}^2$ ) 且測量放大倍率為 40x 條件進行 10 次以上測量，以該粗糙度計結合之表面分析軟體計算中心板表面粗糙 (WRa) 與 10 點平均粗糙度 (WRz)。

#### (A) 中心板表面粗糙 (WRa)

此值係由下列等式計算。

$$WRa = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N |z_{jk} - \bar{z}| / (M \cdot N)$$

$$\text{其中 } \bar{z} = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N z_{jk} / (M \cdot N)$$

### 五、發明說明 (17)

$Z_{j,k}$  係 X 與 Y 板上 Z 軸方向第 j 個位置與第 k 個位置高度，當此等方向分成 M 瓦 N 個部分時，X 軸方向（ $242\mu m$ ）與 Y 軸方向（ $239\mu m$ ）分別與上述方向垂直。

(B) 10 點平均粗糙度 (WRz)

選擇前五個最高尖峰 (Hp) 與前五個最低凹陷 (Hv) 作為十點，由下列等式計算出平均粗糙度 WRz。

$$WRz = [(Hp1 + Hp2 + Hp3 + Hp4 + Hp5) - (Hv1 + Hv2 + Hv3 + Hv4 + Hv5)] \times 1/5$$

(9) 層厚度之均勻度

在經碾壓膜上橫向整個寬度上以固定間隔取樣 20 點，根據上述方法 (2) 測量 A 層厚度與 B 層厚度，並以下列標準為基礎由不規則度 R 評估層厚度之均勻度。

◎：1.0% 以下

○：1.0% 以上 2.0% 以下

×：2.0% 以上

其中  $R = \{ (\text{最大值} - \text{最小值}) / \text{平均值} \} \times 100$

(10) 自身回收性

當回收該膜並以一回收系統循環時，比較分別示於表 1 之開始時所添加之 A 層粒子 I 之含量  $W_A(I)$  與粒子 I I 含量  $W_B(I I)$  與最終獲得之 A 層粒子 I 含量  $W_A(I I)$  與粒子 I I 含量  $W_B(I I)$ 。此等值相同時，可斷

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(18)

定該膜具有自身回收性，而此等值不同時，其不具自身回收性。

以下列實施例進一步說明本發明。

### 實施例 1 至 5

根據習用方法，於存在醋酸鎂作為交換觸媒、三氧化銻作為聚合觸媒、磷酸作為安定劑以及表 1 所示粒子作為潤滑劑之下聚合二羧酸二甲基-2,6-奈與乙二醇，製得特性粘度（於 35℃ 之鄰氯酚中測量）為 0.61 之粗糙層（B 層）新鮮小片。同時，使用如表 2 所示自回收器之積層膜回收小片與作為補充之不含潤滑劑新鮮小片形成平坦層用之小片（A 層）。

A 層與 B 層之聚合物於 170℃ 下乾燥 6 小時。以濕潤作用將 A 層與 B 層之特性粘度調整到表 2 所示之值。然後，以表 1 所達到之每層厚度之比率將具有經調整特性粘度之乾燥小片進料至兩個擠製器的進料斗，在 280 至 300℃ 溫度下熔融，使用多管共擠製模以 A 層層壓在 B 層一面之方式共擠製，並擠製在一表面完工度約 0.3 S 表面溫度約 60℃ 之旋轉冷卻桶上，製得 145 μm 厚之未拉伸積層膜（實施例 1、3 與 4）及 97 μm 厚之未拉伸積層膜（實施例 2 與 5）。

以 120℃ 預熱所製得之未拉伸積層膜，使用在上方 15 mm 處表面溫度為 900℃ IR 加熱器加熱，在低速及高速滾筒間拉伸至 4.5 倍，急速冷卻並供應至一展幅

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

### 五、發明說明 (19)

機上以  $145^{\circ}\text{C}$  將橫向拉伸至 5.1 倍。以  $210^{\circ}\text{C}$  加熱 4 秒固定所製得之雙軸定向積層膜，製得  $6.0\ \mu\text{m}$  厚之雙軸定向積層聚酯膜（實施例 1、3 與 4）及  $4.0\ \mu\text{m}$  厚之雙軸定向積層聚酯膜（實施例 2 與 5）。此等膜之縱向楊氏模數為  $700\ \text{kg}/\text{mm}^2$ ，橫向模數為  $730\ \text{kg}/\text{mm}^2$ 。測量此等雙軸定向積層聚酯膜示於表 2 之特性。結果示於表 2。

將下列磁性塗覆物塗於各個雙軸定向積層聚酯膜一面（B 層），其厚度為  $0.5\ \mu\text{m}$ ，在  $2,500\ \text{Gauss}$  之 DC 磁場中對該經塗覆膜進行 alignment 處理，於  $100^{\circ}\text{C}$  加熱乾燥，並進行 supercalendering（線性壓力  $300\ \text{kg}/\text{cm}$ ，溫度  $80^{\circ}\text{C}$ ），碾壓所形成膜。將此滾筒置於爐中並於  $55^{\circ}\text{C}$  加熱 3 天，然後切成寬  $8\ \text{mm}$  製得磁性帶。

製備磁性塗覆物：

將下列組成物置於一個球磨機中，捏合 16 小時並分散之，添加 5 重量份數之異氰酸化合物（Bayer AG 之 Desmodur），並以高速剪切 1 小時製得磁性塗覆物。

磁性塗覆物之組成物：

針狀 Fe 粒子 100 份數

氯化乙烯－醋酸乙烯酯共聚物 15 份數

(Sekisui Chemical Co., Ltd. 之 Slec 7A)

熱塑性聚胺甲酸酯樹脂 5 份數

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

### 五、發明說明 (20)

氧化鉻	5 份數
碳黑	5 份數
卵磷脂	2 份數
脂肪酸酯	1 份數
甲苯	5 0 份數
甲基乙基酮	5 0 份數
環己酮	5 0 份數

根據上述測量方法測量所製得磁性帶之電磁轉化特性。結果示於表 2。

#### 對照實例 1 與 2

以同實施例 1 之方法製備雙軸定向積層聚酯膜，但是添加潤滑劑粒子，而且每層之厚度改成如表 1 所示厚度。以同實施例 1 之方式使用該製得雙軸定向積層聚酯膜製備磁性帶。該製得磁性帶電磁轉化特性之測量結果示於表 2。

重複自身回收後製得之潤滑劑最終組成物與初始組成物不同。因此無法以此潤滑劑之組合物進行自身回收。

#### 實施例 6

以同實施例 1 之方式製得  $130\ \mu\text{m}$  厚之未拉伸積層膜，但是添加潤滑劑粒子，而且每層之厚度改成如表 1 所示厚度。然後，以同實施例 1 方式製得  $6.0\ \mu\text{m}$  厚之雙軸定向積層聚酯膜，但是將該製得之未拉伸積層膜縱向拉伸成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明(21)

4.0倍，橫向拉伸成5.4倍。所製得膜之縱向楊氏模數為600 kg/mm<sup>2</sup>，橫向模數為900 kg/mm<sup>2</sup>。之後，以同實施例1之方式由該製得雙軸定向積層聚酯膜製備磁性帶。該製得磁性帶電磁轉化特性之測量結果示於表2。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

表 1

	Ex.1	Comp.Ex.1	Comp.Ex.2	Ex.2	Ex.3	Ex.4	Ex.5	Ex.6
各層厚度								
A 層	5.00 μm	5.00	5.00	3.50	5.00	5.00	3.50	5.00
B 層	1.00 μm	1.00	1.00	0.50	1.00	1.00	0.50	1.00
總厚度	6.00 μm	6.00	6.00	4.00	6.00	6.00	4.00	6.00
A 層								
粒子 I								
潤滑劑種類	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂
平均粒子直徑	0.50 μm	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.60	0.30
W <sub>A(I)</sub> 含量	0.0182 wt%	0.0150	0.0182	0.0024	0.0182	0.0182	0.0024	0.1867
粒子 II								
潤滑劑種類	球形 氧化矽	球形 氧化矽	球形 氧化矽	氧化鋁	球形 氧化矽	球形 氧化矽	氧化鋁	球形 氧化矽
平均粒子直徑	0.10 μm	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
W <sub>A(II)</sub> 含量	0.126 wt%	0.150	0.126	0.0295	0.126	0.126	0.0295	0.2333

Ex.: 實施例; Comp.Ex.: 對照實例

五、發明說明 (23)

表 1(續)

		Ex.1	Comp.Ex.1	Comp.Ex.2	Ex.2	Ex.3	Ex.4	Ex.5	Ex.6
B 層	潤滑劑種類	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚矽氧樹脂	交聯聚苯乙烯	球形氧化矽
	平均粒子直徑	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.60	0.30
	W <sub>a</sub> (D)含量	0.039	0.039	0.035	0.025	0.039	0.039	0.025	0.400
	單位								
	潤滑劑種類	球形氧化矽	球形氧化矽	球形氧化矽	氧化鋁	球形氧化矽	球形氧化矽	氧化鋁	球形氧化矽
	平均粒子直徑	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
	W <sub>a</sub> (D)含量	0.270	0.270	0.270	0.310	0.270	0.270	0.310	0.500
	W <sub>a</sub> (D)/W <sub>a</sub> (II)	0.144	0.100	0.144	0.081	0.144	0.144	0.081	0.800
	W <sub>a</sub> (D)/W <sub>a</sub> (II)	0.144	0.144	0.130	0.081	0.144	0.144	0.081	0.800
	特性粘度								
	A 層 η <sub>A</sub>	0.56	0.56	0.56	0.59	0.56	0.56	0.59	0.56
	B 層 η <sub>B</sub>	0.56	0.56	0.56	0.59	0.58	0.63	0.52	0.63
	粘度差異	0.00	0.00	0.00	0.00	0.02	0.07	0.07	0.07
	η <sub>A</sub> - η <sub>B</sub>								

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(24)

表2

	Ex.1	Comp.Ex.1	Comp.Ex.2	Ex.2	Ex.3	Ex.4	Ex.5	Ex.6
表面粗糙度								
A層 WRa	3.5	3.0	3.4	1.5	3.5	3.5	1.5	4.5
WRz	90	80	85	25	90	90	25	45
B層 WRa	5.0	5.0	4.8	4.0	5.0	5.0	4.0	6.5
WRz	130	130	110	90	130	130	90	55
自身回收性與回收率								
回收方法								
回收層	A層	A層	A層	A層	A層	A層	A層	A層
回收率	70	70	70	40	70	70	40	70
回收層之最終組成								
W(II)含量	0.0182	0.0182	0.0163	0.0024	0.0182	0.0182	0.0024	0.1867
W(III)含量	0.126	0.126	0.126	0.0295	0.126	0.126	0.0295	0.2333
自身回收性	○	×	×	○	○	○	○	○
層厚之均勻性	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○
電磁轉化性質	○	○	○	◎	○	○	◎	○
縱剖產率	◎	◎	◎	○	◎	◎	○	◎

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明 (25 )

由表 1 與 2 可以明顯看出本發明之雙軸定向積層聚酯膜具有自身回收性，其使磁性帶具有良好電磁轉化特性，而且具有良好捲繞性質。

根據本發明可製得一種具有自身回收性之雙軸定向積層聚酯膜，而且可以製得作為高密度磁性記錄介質用之具有良好電磁轉化特性及捲繞性質之膜。

此雙軸定向積層聚酯膜適於作為高密度磁性記錄介質之基底膜，尤其是作為諸如 1 / 2 吋錄影帶、8 m m 錄影帶、資料卡帶及數位錄影帶等磁性帶之基底膜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 雙軸定向積層聚酯膜

## 四、中文發明摘要(發明之名稱:

本發明揭示一種雙軸定向積層聚酯膜，其中每層包含至少兩種潤滑劑粒子，其中一層潤滑劑粒子外側兩個構件與另一層潤滑劑粒子外側之兩個構件均分別具有相同基質與相同平均粒子直徑，該雙軸定向積層聚酯膜可以直接回收所收集之聚合物以製造該膜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

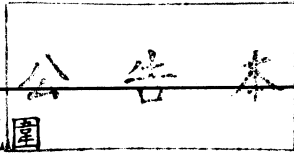
訂

線

## 英文發明摘要(發明之名稱:

Biaxially oriented laminate polyester film

A biaxially oriented laminate polyester film in which each of the layers contains at least two different lubricant particles, and each of two members out of the lubricant particles of one layer and each of two members out of the lubricant particles of the other layer have the same substrates and the same average particle diameters, respectively, the biaxially oriented laminate polyester film enables the direct recycling of the recovered polymer for production of the film.



## 六、申請專利範圍

1. 一種雙軸定向積層聚酯膜，其由聚酯組成物組成且兩個相鄰層表面粗糙度不同，其中：

每層包含至少兩種不同潤滑劑粒子，其中一層潤滑劑粒子外側兩個構件與另一層潤滑劑粒子外側之兩個構件均分別具有相同基質與相同平均粒子直徑，而且其含量符合下列關係式（1）至（3）：

$$W_A(I) / W_A(II) = (0.95 \sim 1.05) \times W_B(I) / W_B(II) \quad (1)$$

$$W_A(I) < W_B(I) \quad (2)$$

$$W_A(II) < W_B(II) \quad (3)$$

其中  $W_A(I)$  係第一層（A層）所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量（wt %）， $W_A(II)$  係第一層所含潤滑劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量（wt %）， $W_B(I)$  係第二層（B層）所含潤滑劑粒子中具有最大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 I 含量（wt %）， $W_B(II)$  係第二層所含潤滑劑粒子中具有次大平均粒子直徑之潤滑劑粒子 II 含量（wt %）。

2. 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中兩層相鄰之聚酯特性粘度差異為 0.1 或以下。

3. 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中形成第一層之聚酯組成物部分係經回收聚酯組成物，其與如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜具有相同組成。

## 六、申請專利範圍

4 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層與第二層聚酯組成物二者所包含具有最大粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之平均粒子直徑為  $0.1$  至  $2.0 \mu\text{m}$ 。

5 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中包含在第一層聚酯組成物中具有最大粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之含量 ( $W_A(I)$ ) 佔該聚酯組成物  $0.0005$  至  $0.6 \text{ wt} \%$ 。

6 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中包含在第二層聚酯組成物中具有最大粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之含量 ( $W_B(I)$ ) 佔該聚酯組成物  $0.005$  至  $1.0 \text{ wt} \%$ 。

7 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層與第二層聚酯組成物二者所包含具有次大粒子直徑之潤滑劑粒子 I I 之平均粒子直徑為  $0.01$  至  $1.0 \mu\text{m}$ 。

8 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中包含在第一層聚酯組成物中具有次大粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之含量 ( $W_A(I I)$ ) 佔該聚酯組成物  $0.005$  至  $1.0 \text{ wt} \%$ 。

9 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中包含在第二層聚酯組成物中具有次大粒子直徑之潤滑劑粒子 I 之含量 ( $W_B(I I)$ ) 佔該聚酯組成物  $0.05$  至  $2.0 \text{ wt} \%$ 。

10 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層與第二層聚酯組成物二者所包含具有最大粒子直徑之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 六、申請專利範圍

潤滑劑粒子的標準差值為 0.5 或以下。

1 1 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層與第二層聚酯組成物二者所包含具有次大粒子直徑之潤滑劑粒子的標準差值為 0.5 或以下。

1 2 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層之表面粗糙度 ( W R a ( A ) ) 在 0.5 至 5 n m 範圍內，第二層之表面粗糙度 ( W R a ( B ) ) 在 2 至 7 n m 範圍內，第一層之表面粗糙度小於第二層之表面粗糙度。

1 3 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其厚度為 2 至 10  $\mu$  m 。

1 4 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層之厚度大於第二層之厚度，第二層之厚度在 0.1 至 5  $\mu$  m 範圍內。

1 5 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中第一層與第二層二者之聚酯組成物中之聚酯係聚伸乙基 - 2, 6 - 奈二羧酸酯。

1 6 . 如申請專利範圍第 1 項之積層聚酯膜，其中該膜之縱向與橫向楊氏模數各在 450 至 2,000 k g / m m <sup>2</sup> 範圍內，橫向楊氏模數對縱向楊氏模數之比率在 0.4 至 3.0 範圍內。