

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4988986号
(P4988986)

(45) 発行日 平成24年8月1日(2012.8.1)

(24) 登録日 平成24年5月11日(2012.5.11)

(51) Int.Cl.	F I
C08J 7/04 (2006.01)	C08J 7/04 C F D B
B32B 27/36 (2006.01)	B32B 27/36
C09D 7/12 (2006.01)	C09D 7/12
C09D 201/00 (2006.01)	C09D 201/00

請求項の数 3 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2000-541239 (P2000-541239)	(73) 特許権者	300038826
(86) (22) 出願日	平成11年3月29日 (1999.3.29)		デュポン テイジン フィルムズ ユー.
(65) 公表番号	特表2002-509967 (P2002-509967A)		エス. リミテッド パートナーシップ
(43) 公表日	平成14年4月2日 (2002.4.2)		アメリカ合衆国 バージニア州 2383
(86) 国際出願番号	PCT/US1999/006821		6 チェスター 3600 ディスカバリ
(87) 国際公開番号	W01999/050343		ー ドライブ
(87) 国際公開日	平成11年10月7日 (1999.10.7)	(74) 代理人	100092093
審査請求日	平成18年1月27日 (2006.1.27)		弁理士 辻居 幸一
審判番号	不服2010-15621 (P2010-15621/J1)	(74) 代理人	100082005
審判請求日	平成22年7月12日 (2010.7.12)		弁理士 熊倉 禎男
(31) 優先権主張番号	09/050,328	(74) 代理人	100084663
(32) 優先日	平成10年3月30日 (1998.3.30)		弁理士 箱田 篤
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100093300
			弁理士 浅井 賢治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエステルフィルムに向けたコーティング樹脂中の多孔性粒子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

コーティングされたポリエステルフィルムであって、

(a) 第1の表面と第2の表面とを有する、延伸ポリエステルフィルムと、
 (b) 前記表面の少なくとも1つの上のコーティングであり、該コーティングの乾燥厚みは0.04～0.20 μmであり、該コーティングは有機ポリマーと、前記コーティングの重量を基準にして0.002重量%から1.5重量%の多孔性粒子とを含み、該多孔性粒子は少なくとも0.03 mL/gの孔隙体積および0.5 μmから4.5 μmの粒径を有する、コーティングと、

を備えることを特徴とするコーティングされたポリエステルフィルム。

10

【請求項 2】

延伸ポリエステルフィルムの少なくとも1つの表面上をコーティングすることによって形成された、コーティングされたポリエステルフィルムであって、コーティング組成物が有機ポリマーと、コーティングの重量を基準にして0.002重量%から1.5重量%の多孔性樹脂粒子とを含み、該コーティングの乾燥厚みは0.04～0.20 μmであり、該多孔性樹脂粒子が少なくとも0.03 mL/gの孔隙体積および0.5 μmから4.5 μmの粒径を有することを特徴とするコーティングされたポリエステルフィルム。

【請求項 3】

コーティングされたポリエステルフィルムを形成するための方法であって、該方法は、ポリエステルフィルムの少なくとも1つの表面上をコーティングする工程であって、コ

20

ーティング組成物が有機ポリマーと前記コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準にして 0.002 重量% から 1.5 重量% の多孔性粒子を含み、該多孔性粒子が少なくとも 0.03 mL/g の孔隙体積および 0.5 μm から 4.5 μm の粒径を有する工程と、

前記フィルムを延伸して、その大きさを 2 ~ 4 倍に増大させ、前記コーティングの乾燥厚みを 0.04 ~ 0.20 μm とする工程と、

を備えたことを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(技術分野)

本発明はポリエステルフィルムに関する。特に、本発明は少なくとも 1 つの表面が相互延伸 (interdraw) 不粘着性コーティングでコーティングされた、延伸ポリエステルフィルムに関する。

【0002】

(発明の背景)

重合性の直鎖ポリエステルからなるフィルムは優れた延伸配向を有し、特に二軸フィルム延伸に対して十分に適合することが証明されている。これらの重合性フィルム、特にポリエチレンテレフタレート (PET) の重合性フィルムは、強靱で、優れた固有の化学的特性および熱的特性を有する。さらに、それらは優れた光学透明性、靱性および静電気特性を有するため、無数の用途の使用に極めて適している。

【0003】

二軸延伸ポリエステルフィルムの商業的な価値を高めるために、ポリマーを含むコーティングをフィルム表面に塗布して、接着、静電防止、剥離、水分吸収、酸素遮断、水分遮断、金属化、ヒートシール、および印刷の特性を向上させる。コーティング表面の少ない静的および動的係数のために、コーティングはワインディングおよびスリッティング操作の間、低い品質のミルロールおよびスリットロールを生じる。

【0004】

アルミナ、シリカ、チタニア、ジルコニア、ポリメチルメタクリレートおよびポリスチレンなどの有機粒子、ならびに有機的に変形したシリコンビーズ、のサブミクロン粒子が粘着防止剤として、相互延伸プロセスにおけるオフ - ラインおよびイン - ラインの両方でコーティング配合物に添加される。オフ - ラインを適用した場合、不粘着性の粒子はポリエステルのコーティング表面にしっかりと結合したままでいる。しかし、フィラー粒子を含むコーティングが相互延伸コーティングプロセスにおいてイン - ラインで塗布される場合は、粒子は横向き、または横斜めの引張りの間に空隙を生じる傾向がある。これは、望ましくないフィラーふき取りを導く。コーティングが不粘着性の特性を失う原因になるふき取りは、フィラー粒子の大きさが増加するにつれてより深刻になる。

【0005】

コーティングは、好適には相互延伸段階においてイン - ライン、すなわち、フィルムが縦方向に伸張された後であるが、フィルムが横方向に伸張される前に塗布される。オフ - ラインコーティングは、コーティングされていないフィルムを巻き戻し、それにコーティングし、次いでコーティングされたフィルムを再び巻く追加の工程が必要となり、そのことがオフ - ラインコーティングを、時間を浪費しかつ費用がかかるものになっている。すなわち、フィラー粒子がふき取りを受けない、ポリエステルフィルム用の相互延伸コーティングに対する要求が存在する。

【0006】

(発明の要旨)

本発明は、コーティングされたポリエステルフィルムであって、

(a) 第 1 の表面および第 2 の表面を有する、延伸ポリエステルフィルムと、

(b) 前記表面の少なくとも 1 つ上のコーティングであり、該コーティングは有機ポリマーと前記コーティングの重量を基準として約 0.002 重量% から 1.5 重量% の多孔性

10

20

30

40

50

粒子を含み、該多孔性粒子が少なくとも 0.03 mL/g の孔隙体積 (pore volume) および約 $0.5 \mu\text{m}$ から $4.5 \mu\text{m}$ の粒径を有する、前記コーティングとを備える。

【0007】

本発明の好適な実施態様において、前記多孔性粒子は、アルミナ粒子および部分的に焼成されたポリシロキサン粒子からなる群から選択される。多孔性粒子は、好適には約 $0.5 \mu\text{m}$ から $2.5 \mu\text{m}$ の粒径を有する。好適なポリエステルフィルムはポリエチレンテレフタレートフィルムである。

【0008】

他の態様において、本発明は、相互延伸段階においてポリエステルフィルムをコーティング組成物でコーティングすることにより、コーティングされたポリエステルの製造するための方法であり、前記コーティング組成物は、有機ポリマーと、コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準にして、約 0.002 重量% から 1.5 重量% の多孔性粒子とを含み、該多孔性粒子は少なくとも 0.03 mL/g の孔隙体積および約 $0.5 \mu\text{m}$ から $4.5 \mu\text{m}$ の粒径を有する。

【0009】

(発明の詳細な説明)

ポリエステルフィルム

ポリエステルフィルムは当業者に公知である。ポリマー調製およびフィルム製造の方法は当業者に公知であり、そして *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, 2nd. Ed. Vol. 12, Wiley, New York, 1~313 頁などの多くの文献、同様に UK 特許第 838,708 号などの様々な特許において開示されている。ポリエステルは、1 種以上のジカルボン酸またはそれらの低級アルキルジエステルと 1 種以上のグリコールとを縮合させることにより得られる。好適なポリエステルフィルムはポリエチレンテレフタレート (PET) フィルムおよびポリエチレンナフタレートフィルムからなる群から選択されるものである。代表的には、これらのポリマーは、適切なジカルボン酸またはその低級アルキルジエステルとエチレングリコールとを縮合させることにより得られる。ポリエチレンテレフタレートは、テレフタル酸とエチレングリコールとから形成される。ポリエチレンナフタレートは、2,7-ナフタレンジカルボン酸とエチレングリコールとから形成される。最も好適なポリエステルフィルムは、ポリエチレンテレフタレートフィルムである。

【0010】

ポリエステルフィルムの厚さは重要ではなく、コーティングされたフィルムに対して意図された用途に適合させるべきである。フィルムの厚さは、一般的に約 250 ミクロン未満、代表的には 175 ミクロン未満、好適には 50 ミクロン未満、およびより好適には 12 から 25 ミクロンである。フィルムは透過性であっても、または意図された用途に向けて必要とされるように着色されていてもよい。

【0011】

多孔性粒子

コーティングは、該コーティング中に存在する全固形物の重量を基準にして、約 0.002 重量% から 1.5 重量%、好適には 0.004 重量% から 0.30 重量%、より好適には 0.006 重量% から 0.020 重量% の多孔性粒子を含む。多孔性粒子は、少なくとも 0.03 mL/g 、代表的には 0.03 mL/g から約 0.6 mL/g 、より好適には少なくとも 0.1 mL/g 、代表的には約 0.1 mL/g から 0.6 mL/g の孔隙体積を有する。多孔性粒子は、約 $0.5 \mu\text{m}$ から $4.5 \mu\text{m}$ 、好適には約 $0.5 \mu\text{m}$ から $3.0 \mu\text{m}$ 、より好適には約 $0.5 \mu\text{m}$ から $2.5 \mu\text{m}$ の粒径を有する。

【0012】

いかなる説明または理論によって拘束されるものではないが、多孔性粒子の多孔性は、粒子のポリエステルフィルムへの付着を高めると考えられる。コーティングおよび/または乾燥工程の間、コーティング中のポリマー鎖がフィラー粒子の細孔に入り、そのようにし

10

20

30

40

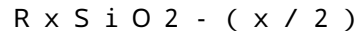
50

てポリエステルフィルムの製造における横方向の引張り間にわたってコーティング中の空隙の形成を最小にするか、または無くすと考えられる。

【0013】

部分的に焼成されたポリシロキサン粒子

部分的に焼成されたポリシロキサンの多孔性粒子をコーティング組成物中に使用することができる。ポリシロキサン粒子は以下の一般式



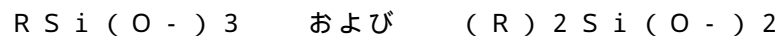
を有する3次元のポリマー鎖を含む。式中、 x は1以上の正数であり、好ましくは1から9、より好ましくは1から1.5、最も好ましくは1から1.2であり、 R は脂肪族炭化水素基（例えば、メチル、エチルまたはブチル）、芳香族炭化水素基（例えばフェニル）、不飽和基（例えば、ビニル基）、またはこれらの群からなる2種以上の混合物などの有機基である。

【0014】

R は、好ましくは1から8個、より好ましくは1から5個の炭素原子を有する炭化水素基である。 R は、最も好ましくはメチルである。ポリシロキサン粒子は、Mills, SiddiquiおよびRakosらによる、WO96/01739 (PCT/GB95/01589) に詳細に記載されている。

【0015】

ポリシロキサン粒子は、以下の構造式



の混合物を含むシロキサン結合の架橋網状構造を有する。式中、 R は上述した通りである。

【0016】

適当なポリシロキサン粒子は、東芝シリコーン(株)(東京、日本)から「Tospearl」シリコーン樹脂粒子の名称で市販されている。これらの粒子は、3次元網状構造を有し、各シリコン原子は1つのメチル基に結合している。焼成は、 R 基のいくらかまたは全てを除去し、 x の値を減少させる。全ての有機基が除去された場合(つまり、 x が0)、粒子はシリカ(SiO_2)に転換される。

【0017】

好適な「Tospearl」シリコーン樹脂粒子は、3.0 μm の平均粒径を有する「Tospearl」130、および4.0 μm の平均粒径を有する「Tospearl」145である。「Tospearl」130がより好適である。約0.5ミクロンの平均粒径を有する「Tospearl」105などの、焼成されていないサブミクロンポリシロキサン粒子またはサブミクロン無定形ヒュームドシリカ粒子をコーティング組成物に添加してもよい。

【0018】

部分的に焼成されたポリシロキサン粒子を形成するために、粒子は約300 から約400 において約30分から約3時間にわたって、好ましくは約350 で約45分間にわたって焼成される。焼成は、空気中で、または窒素などの適当な不活性雰囲気下で実施してもよい。焼成間の有機物質のいくらかのまたは全ての除去は、粒子の重量を減少する。これらの条件下において焼成された時に、粒子は、それらの元の重量の、好適には約1%から約2%、より好ましくは約1%を損失する。重量損失が約2%をはるかに超える場合は、粒子の密度の減少によって示されるように、孔隙体積が減少する。

【0019】

多孔性アルミナ

多孔性アルミナの粒子をコーティング組成物中に使用してもよい。多孔性アルミナは、トリアルキルオキシアルミニウム($Al(OR)_3$)と水性塩基との反応によって合成することができる。得られた含水のアルミナは600~700 で焼成され、マクロポアを含むサブミクロン凝集物とともに、ミクロポアアルミナおよびメソポアアルミナを含むアルミナを生成する。

【 0 0 2 0 】

コーティング組成物

コーティングは、所望の特性を有するコーティング膜を生成するのに十分な濃度および量で水性分散液として都合よく塗布される。水性媒体からの用途は経済的に有利であり、揮発性有機溶媒の使用と多くの場合関連した潜在的な爆発および/または毒性危険を避け、および有機溶剤を使用した時に頻繁に直面する臭い残りの問題を取り除く。コーティング組成物は、代表的に、約3%から18%の全固形物、好ましくは約5%から約10%の全固形物を含む。当業者に公知であるように、全固形物はコーティング組成物中の非揮発性物質の合計量を意味するが、これらの物質のいくつかは室温において非揮発性液体であってもよい。

10

【 0 0 2 1 】

コーティング組成物は、有機ポリマーと、コーティング中に存在する全固形物の重量を基準にして、0.002重量%から1.5重量%、好ましくは0.004重量%から0.30重量%、より好ましくは0.006重量%から0.020重量%の多孔性粒子とを含む。ポリエステルフィルムの表面に塗布されて、接着、静電防止、剥離、水分吸収、酸素遮断、水分遮断、金属化、ヒートシール、および印刷の特性などの特性を増大するコーティングを含むいかなる多数の慣用のポリマーにも粒子を添加してよい。

【 0 0 2 2 】

本発明の実施において有用であるコーティングの各々は、少なくとも1種のポリマーを含む。この業界で知られた他の添加剤を、特定の目的に向けたコーティング組成物に添加してもよく、例えば、架橋剤、染料、顔料、潤滑剤、抗酸化剤、表面活性剤、滑り剤、光沢向上剤、紫外線安定剤、粘性改質剤、分散安定剤などが挙げられる。このようなコーティングの組成およびそれらを塗布するための操作は、当業者に公知であり、および多数の特許および出版物に記載されている。接着コーティングは、例えば、参照によって本明細書に組み込まれる、Siddiquiによる米国特許第5,132,356号(特に、列5、行1から列6、行50)で開示される。静電防止剤層は、例えば、参照によって本明細書に組み込まれる、WrightおよびBrabbsらにより欧州特許第678,546号で開示される。静電防止コーティングにおいて有用である、ポリエステル/ポリアルキレンオキシドコポリマーは、Milease(登録商標)T、織物仕上剤の商標のもとにICI Surfactantsから市販されている。水をベースとした親水性コーティング配合物に対するポリエステルの接着を改善するコーティングは、(1)約90重量%から約99重量%の少なくとも1種のスルホポリエステルと、(2)ポリアクリル酸、アクリルアミド/アクリル酸コポリマー、およびそれらの塩からなる群から選択される、約0.10重量%から約4重量%の少なくとも1種のポリマーと、(3)約0.5重量%から約7.0重量%の少なくとも1種のテトラブロックコポリマー樹脂とを含み、成分(1)、(2)および(3)の重量%は、成分(1)、(2)および(3)の全重量を基準しており、そして成分(1)、(2)および(3)は、合わせて少なくとも約85重量%の乾燥コーティングを含む。代表的なコーティングは、約96重量%から約99重量%の少なくとも1種のスルホポリエステルと、約1.0重量%から約3.0重量%の少なくとも1種のテトラブロックコポリマー樹脂と、ポリアクリル酸、アクリルアミド/アクリル酸コポリマー、およびそれらの塩からなる群から選択される約0.2重量%から約1.0重量%の少なくとも1種のポリマーとを含む。代表的には、少なくとも1種のポリマーは、ポリアクリル酸、アクリルアミド/アクリル酸コポリマー、および200万を超える分子量を有するそれらの塩からなる群から選択され、そしてポリマーは、約25重量%から約60重量%のアクリル酸を含む。代表的にテトラブロックコポリマー樹脂は、エチレンジアミンに対するエチレンオキシド、次いでプロピレンオキシドの連続的な添加から誘導される。

20

30

40

【 0 0 2 3 】

ゼラチンに対するポリエステルフィルムの接着を改善するコーティングは、(1)約85重量%から約98重量%の1種以上のスルホポリエステルと、(2)約0.5重量%から

50

約 5 重量 % の 1 種以上のテトラブロックコポリマー樹脂と、(3) 約 2 重量 % から約 1 2 重量 % の 1 種以上の非揮発性ポリアミンとを含み、スルホエステルまたはスルホエステル類、テトラブロックコポリマー樹脂またはテトラブロックコポリマー樹脂類、および非揮発性ポリアミンまたは非揮発性ポリアミン類の重量 % は、コーティング中に存在する 1 種以上のスルホポリエステルの重量と、1 種以上のテトラブロックコポリマー樹脂の重量と、1 種以上の非揮発性ポリアミンの重量との合計を基準としている。代表的には、コーティングは、約 9 0 重量 % から 9 5 重量 % の 1 種以上のスルホポリエステルと、約 0 . 8 重量 % から 3 重量 % の 1 種以上のテトラブロックコポリマー樹脂と、3 重量 % から 8 重量 % の 1 種以上の非揮発性ポリアミンとを含む。代表的に、コーティングは約 0 . 0 5 から約 0 . 4 ミクロンの厚さを有する。代表的に、非揮発性ポリアミンは、1 種以上の非揮発性
10
ポリアミンの全重量を基準として約 0 . 5 重量 % から約 5 重量 % の高分子量 (約 3 0 , 0 0 0 以上の W_n) 非揮発性ポリアミンまたはポリアミン類を含む。

【 0 0 2 4 】

製 造

ポリエステルフィルムの代表的な製造では、ポリエステル樹脂を溶融し、そして研磨された回転キャストリングドラムに無定形のシートとして押出して、ポリマーのキャストシートを形成する。ポリマーのキャストシートは、ポリマーのガラス転移温度を調度超えるところまで (ポリエチレンテレフタレートに関しては 8 0 から 1 0 0) 加熱され、そして一般に 1 以上の方向に伸張されるか、または延伸される。代表的に、フィルムを 2 つの方向、押出方向 (縦方向) および押出方向に対して垂直方向 (斜め横、または横方向) に
20
伸長し、2 軸延伸のフィルムを製造する。フィルムに対して伸びおよび強靱さを与える最初の伸張は、慣用的に元の長さの約 2 . 0 から約 4 . 0 倍の範囲である。一般的に、最初に縦方向に伸張し、次いで横方向に伸張することが好ましい。次いでフィルムを、一般的にポリエチレンテレフタレートに関しては約 1 9 0 から 2 4 0 でヒートセットし、伸び、靱性、および他の物理的特性を固定する。

【 0 0 2 5 】

フィルムの最後の伸張の前にコーティングを塗布する。一軸方向の延伸フィルムの場合、コーティング組成物は予備延伸 (*pre draw*) 段階の間に塗布される。二軸延伸フィルムの場合、コーティング組成物は相互延伸の間、すなわち、フィルムが 1 方向に伸張された後であるが、多方向に伸張される前に塗布される。
30

【 0 0 2 6 】

スプレーコーティング、ロールコーティング、スロットコーティング、メニスカスコーティング、浸漬コーティング、ワイヤ - バーコーティング、エアナイフコーティング、カートンコーティング、ドクターナイフコーティング、直接および反転コーティングなどの、いかなる慣用のコーティング方法であっても、コーティング組成物を塗布するのに使用することができる。コーティングは、代表的に連続的なコーティングとして塗布される。コーティング厚さは、コーティングの種類および乾燥後のその目的とされる用途によるが、コーティングは、代表的に約 0 . 0 4 μm から 2 μm 、より代表的には約 0 . 0 8 μm から約 1 . 0 μm 、さらに代表的には約 0 . 1 0 μm から約 0 . 2 0 μm の厚さを有する。フィルムに対して目的とされる用途に依存して、コーティングはフィルムの片面または両面に
40
塗布される。本発明のコーティングが片面のみに塗布される場合は、異なるコーティングを他面に塗布してもよい。

【 0 0 2 7 】

工業的用途

ポリエステルフィルム、特にポリエチレンテレフタレートのフィルムは、優れた光学透明性、靱性、および静電特性を有し、そのことで該フィルムは無数の用途の使用、特にフォトグラフィックおよびリプログラフィックの応用に対して極めて安定である。コーティングされたポリエステルフィルムは、例えば、プレゼンテーション、グラフィックアート、機械製図、およびオフィス用途に向けて幅広く使用されるインクジェットレセプター基体として、写真フィルムおよび X 線フィルムのためのベースとして、オーバーヘッドトラン
50

スペアレンシーなどのエレクトログラフ画像法および電子写真画像法のための画像レセプターシートとして使用される。

【 0 0 2 8 】

(実施例)

用語説明

A e r o s i l (登録商標) O X - 5 0

無定形ヒュームドシリカ、離散粒径 0 . 0 5 0 ミクロン (D e g u s s a , R i d g e f i e l d P a r k , N J)

A l u m i n a A P A - E T A

表面積 = 3 4 1 m² / g、孔隙体積 = 0 . 4 9 c c / g、中央粒径 = 1 . 9 μm (C e r a l o x D i v i s i o n o f C O N D E A V i s t a , T u c s o n , A Z)

C y m e l (登録商標) 3 5 0

メラミン / ホルムアルデヒド樹脂 (A m e r i c a n C y a n a m i d , W a y n e , N J)

E a s t e k (登録商標) 1 3 0 0

スルホポリエステル水溶液 (3 0 %) (E a s t m a n C h e m i c a l C o . , K i n g s p o r t , T N)

G l a s c o l (登録商標) R P 2

カルボキシル化アクリルポリマー、3 0 % 固形物、T g = 5 8 、酸価 (1 0 0 % 樹脂) = 8 0 (A l l i e d C o l l o i d s , S u f f o l k , V A)

G l a s c o l (登録商標) R P 3

カルボキシル化アクリルコポリマー、4 8 % 固形物、T g = - 5 、酸価 (1 0 0 % 樹脂) = 2 5 (A l l i e d C o l l o i d s , S u f f o l k , V A)

L u p a s o l (商標) F G

低分子量ポリエチレンイミンホモポリマー、9 8 % 固形物、粘度 = 2 , 0 0 0 から 1 0 , 0 0 0 c p s、M w = 8 0 0、M n = 6 0 0 (B A S F、P a r s i p p a n y , N J)

L u p a s o l (商標) P

高分子量ポリエチレンイミンホモポリマー、5 0 % 固形物、粘度 = 1 8 , 0 0 0 から 4 0 , 0 0 0 c p s、M w = 7 5 0 , 0 0 0、M n = 6 0 , 0 0 0 (B A S F、P a r s i p p a n y , N J)

M i l e a s e (登録商標) T

織物仕上剤の水性分散液 (I C I S u r f a c t a n t s , W i l m i n g t o n , D E)

ポリ (アクリルアミドアクリル酸ナトリウム塩)

M w > 1 0 0 0 万、4 0 % カルボキシル基 (P o l y s c i e n c e s , W a r r i n g t o n , P A)

R e n e x (登録商標) 6 9 0

ノンオキシノール - 1 0 非イオン性界面活性剤 (I C I A m e r i c a s , W i l m i n g t o n , D E)

T e t r o n i c (登録商標) 9 0 R 4

エチレンジアミンに対するエチレンオキシド、次いでプロピレンオキシドの連続的な添加から誘導される、四官能化ブロックコポリマー、M W = 7 , 2 4 0、粘度 = 3 , 8 7 0 c p s、m p = 1 2 (B A S F , P a r s i p p a n y , N J)

T o s p r e a r l 1 0 5

ポリシロキサン樹脂粒子、平均粒径約 0 . 5 ミクロン、固有表面積 7 0 m² (東芝シリコン株式会社、東京、日本)

T o s p r e a r l 1 3 0

ポリシロキサン樹脂粒子、平均粒径約 3 . 0 ミクロン、固有表面積 2 0 m²、アマニ油吸収 7 5 m L / 1 0 0 g (東芝シリコン株式会社、東京、日本)

【 0 0 2 9 】

10

20

30

40

50

(実施例 1)

本実施例は、部分的に焼成されたポリシロキサン粒子の調製を例示する。

「Tospearl」130ポリシロキサン樹脂粒子を300 において45分間にわたって焼成した。焼成の前および後に粒子をFTIRによって分析した。粒子が焼成された時に、 1288 cm^{-1} および 2991 cm^{-1} におけるシャープな赤外吸収の強度が減少した。

【0030】

(実施例 2)

本実施例は、ポリエステルフィルムのトナー接着を改善するコーティング組成物を製造するための、およびフィルム製造工程の相互延伸段階の間に組成物をフィルム上にコーティングするための手順を例示する。

【0031】

攪拌下において55ガロンの混合タンクに以下の成分：Glascol（登録商標）RP3（13.6Lの48%溶液）、Glascol（登録商標）RP2（8.1Lの30%溶液）、Renex（登録商標）690界面活性剤（3.2Lの20%溶液）、Aerosil（登録商標）OX-50無定形ヒュームドシリカ（0.75Lの30%懸濁水溶液）、および実施例1で調製した150gの部分的に焼成されたシリコン粒子を加えた。脱イオン水を効率のよい混合のために攪拌下において添加し、タンクの内容物が30ガロンのマークに届くようにした。脱イオン水に続いて、Cymel（登録商標）350（2.5L）を攪拌下において添加して、タンクの内容物が50ガロンのマークに届くようにした。得られたコーティング組成物は6から7%の全固形物を含んだ。それはコーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準して、0.08重量%の部分的に焼成されたシリコン粒子および0.2重量%の無定形ヒュームドシリカを含んだ。

【0032】

フィルム製造間の相互延伸段階において、コーティング組成物をポリエチレンテレフタレートフィルム上にコーティングした。赤外線測定器（infra-red gauge）によって測定された湿潤コーティング厚さは、7.5から8.5ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは0.18ミクロンであった。摩擦の動的係数は0.42であった。静止摩擦係数は、0.41であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおけるフィラーふき取りは観測されなかった。

【0033】

(実施例 3)

赤外線測定器によって測定された湿潤コーティング厚さが10.5から11.5ミクロンであったことを除き、実施例2の操作を繰り返した。乾燥コーティング厚さは0.21ミクロンであった。摩擦の動的係数は0.42であった。静止摩擦係数は0.41であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおけるフィラーふき取りは観測されなかった。

【0034】

(実施例 4)

部分的に焼成されたポリシロキサン粒子の代わりに150gのアルミナ（銘柄APA-ETA）を使用したことを除き、実施例2の操作を繰り返した。赤外線測定器によって測定された湿潤コーティング厚さは7.5から8.5ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは0.18ミクロンであった。摩擦の動的係数は0.42であった。静止摩擦係数は0.41であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおけるフィラーふき取りは観測されなかった。

【0035】

(実施例 5)

本実施例は、コーティング組成物を製造するための、およびフィルム製造工程の相互延伸段階の間に組成物をフィルム上にコーティングするための手順について例示する。

【0036】

M i l e a s e (登録商標) T 織物仕上剤 (21.4 L の 1.8 % 溶液) を 55 ガロンの混合タンクに攪拌下において加えた。R e n e x (登録商標) 690 界面活性剤 (125 mL の 20 溶液) およびチウムトリフルオロメタンスルホネート (830 g) を加えた。5 分後、実施例 1 で調製した部分的に焼成された「T o s p e a r l」130 ポリシロキサン粒子 (12 g) および「T o s p e a r l」105 サブミクロンの焼成されていないポリシロキサン粒子 (50 g) を加えた。内容物を 20 分間にわたって全体的に攪拌した。得られたコーティング組成物は約 6 % の全固形物を含んだ。それは、コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準として、0.006 重量 % の部分的に焼成されたシリコン粒子および 0.026 重量 % の焼成されていないサブミクロンポリシロキサン粒子を含んだ。

10

【0037】

フィルム製造間の相互延伸段階において、コーティング組成物をポリエチレンテレフタレートフィルム上にコーティングした。赤外線測定器によって測定された湿潤コーティング厚さは 6 から 7 ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは 0.02 ミクロンであった。フィルムヘーズは 100 ミクロン厚さのフィルムに関して 1.6 % であった。摩擦の動的係数は 0.32 であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおいてフィラーのふき取りは観測されなかった。

【0038】

(実施例 6)

部分的に焼成されたポリシロキサン粒子の代わりにアルミナ (銘柄 A P A - E T A) を使用したことを除き、実施例 5 の操作を繰り返した。赤外線測定器によって測定した湿潤コーティング厚さは、6 から 7 ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは 0.02 ミクロンであった。フィルムヘーズは 100 ミクロン厚さのフィルムに関して 1.6 % であった。摩擦の動的係数は 0.32 であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおけるフィラーふき取りは観測されなかった。

20

【0039】

(実施例 7)

本実施例は、水をベースとする親水性コーティングに対するフィルム接着を改善するコーティング組成物を製造する方法、および製造工程の相互延伸段階の間にポリエチレンテレフタレートフィルムを組成物でコーティングする方法を例示する。

30

【0040】

E a s t e k (登録商標) 1300 スルホポリエステル (87.2 L、26.2 Kg のポリマー) を 55 ガロンの混合タンクに加え、攪拌を始めた。脱イオン水を効率のよい混合のために攪拌下において加え、内容物が 25 ガロンのマークに届くようにした。得られた分散液に以下の物質: 1600 mL の L u p a s o l (商標) F G (10 % 溶液)、80 mL の L u p a s o l (商標) P (1 % 溶液)、80 mL の T e t r o n i c (登録商標) 90R4、50 g の A e r o s i l (登録商標) O X - 50 無定形ヒュームドシリカ、25 g の部分的に焼成されたポリシロキサン粒子、1.9 L の R e n e x (登録商標) 690 (20 % 水溶液) を順次加えた。脱イオン水を攪拌下において加え、50 ガロンのマークに届くようにし、得られた分散液をさらに 15 分間にわたって攪拌した。得られたコーティング組成物は 16 % の全固形物を含んだ。

40

【0041】

ポリエチレンテレフタレートフィルムの製造間の相互延伸コーティング用にコーティング組成物を使用した。赤外線測定器によって測定された湿潤コーティング厚さは、7.5 から 8.5 ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは 0.32 ミクロンであった。乾燥コーティングの重量は $0.048 \text{ g} / \text{m}^2$ であった。フィルムヘーズは、100 ミクロン厚さのフィルムに関して 3.2 % であった。摩擦の動的係数は 0.34 であった。コーティングされたフィルムにおけるフィラーのふき取りは観測されなかった。

【0042】

(実施例 8)

50

本実施例はポリエステルフィルムのトナー接着を改良するコーティング組成物を製造するための、およびフィルム製造工程の相互延伸段階の間にフィルム上に組成物をコーティングするための手順について例示する。

【0043】

攪拌下において55ガロンの混合タンクに以下の成分：G l a s c o l（登録商標）R P 3（13.6Lの48%溶液）、G l a s c o l（登録商標）R P 2（8.1Lの30%溶液）、リチウムトリフルオロメタンスルホネート（3.2Lの20%溶液）、R e n e x（登録商標）690（3.2Lの20%溶液）、A e r o s i l（登録商標）O X - 50無定形ヒュームドシリカ（1.00Lの30%懸濁水溶液）、および実施例1で調製した150gの部分的に焼成されたシリコン粒子を加えた。脱イオン水を効率のよい混合のために攪拌しながら加えて、30ガロンのマークに届くようにした。脱イオン水に続いて、C y m e l（登録商標）350（2.5L）を攪拌下において加えて、内容物が50ガロンのマークに届くようにした。得られたコーティング組成物は、6から7%の全固形物を含んだ。それは、コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準にして0.008重量%の部分的に焼成されたシリコン粒子および0.2重量%の無定形ヒュームドシリカを含んだ。

10

【0044】

フィルムの製造間の相互延伸段階において、コーティング組成物をポリエチレンテレフタレートフィルム上にコーティングした。赤外線測定器によって測定された湿潤コーティング厚さは7.5から8.5ミクロンであった。乾燥コーティング厚さは0.18ミクロンであった。摩擦の動的係数は0.42であった。静止摩擦係数は0.41であった。クロックメータによって測定されたように、コーティングされたフィルムにおいてフィラーふき取りは観測されなかった。

20

【0045】

記述された本発明をもって、我々はここに特許請求の範囲のおよびそれらに等価の権利を請求する。

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

1. コーティングされたポリエステルフィルムであって、
 - (a) 第1の表面と第2の表面とを有する、延伸ポリエステルフィルムと、
 - (b) 前記表面の少なくとも1つの上のコーティングであり、該コーティングは有機ポリマーと、前記コーティングの重量を基準にして約0.002重量%から1.5重量%の多孔性粒子とを含み、該多孔性粒子は少なくとも0.03mL/gの孔隙体積および約0.5μmから4.5μmの粒径を有する、コーティングとを備えることを特徴とするコーティングされたポリエステルフィルム。
2. 前記多孔性粒子がアルミナ粒子および部分的に焼成されたポリシロキサン粒子からなる群から選択されることを特徴とする1.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
3. 前記コーティングは該コーティングの重量を基準にして約0.004重量%から0.3重量%の多孔性粒子を含むことを特徴とする2.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
4. 前記粒径が約0.5μmから3.0μmであることを特徴とする3.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
5. 前記孔隙体積が少なくとも0.1mL/gであることを特徴とする4.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
6. 前記多孔性粒子は部分的に焼成されたポリシロキサン粒子であることを特徴とする4.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
7. 前記多孔性粒子がアルミナ粒子であることを特徴とする4.に記載のコーティングされたポリエステルフィルム。
8. 前記コーティングが該コーティングの重量を基準にして約0.006重量%から0.020重量%の多孔性粒子を含むことを特徴とする4.に記載のコーティングされたポ

30

40

50

リエステルフィルム。

9. 前記多孔性粒子が部分的に焼成されたポリシロキサン粒子であることを特徴とする8.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

10. 前記多孔性粒子がアルミナ粒子であることを特徴とする8.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

11. 前記コーティングが(1)約90重量%から約99重量%の少なくとも1種のスルホポリエステルと、(2)ポリアクリル酸、アクリルアミド/アクリル酸のコポリマー、およびそれらの塩からなる群から選択される約0.10重量%から約4重量%の少なくとも1種のポリマーと、(3)約0.5重量%から7.0重量%の少なくとも1種のテトラブロックコポリマー樹脂とを含み、成分(1)、(2)および(3)の重量%は前記コーティング中に存在する成分(1)、(2)および(3)の全重量を基準にしており、そして成分(1)、(2)および(3)は全体で乾燥コーティングの重量の少なくとも約85%を構成することを特徴とする3.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

12. 前記コーティングが該コーティングの重量を基準として約0.006重量%から0.020重量%の多孔性粒子を含むことを特徴とする11.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

13. 前記コーティングが(1)約85重量%から約98重量%の1種以上のスルホポリエステルと、(2)約0.5重量%から約5重量%の1種以上のテトラブロックコポリマー樹脂と、(3)約2重量%から約12重量%の1種以上の非揮発性ポリアミンとを含み、前記スルホポリエステルまたはスルホポリエステル類、テトラブロックコポリマー樹脂またはテトラブロックコポリマー樹脂類、および非揮発性ポリアミンまたは非揮発性ポリアミン類の重量%は、前記コーティング中に存在する前記1種以上のスルホポリエステルの重量と、前記1種以上のテトラブロックコポリマー樹脂の重量と、前記1種以上の非揮発性ポリアミンの重量との合計を基準にしていることを特徴とする3.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

14. 前記コーティングが該コーティングの重量を基準にして約0.006重量%から0.020重量%の多孔性粒子を含むことを特徴とする13.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

15. 前記粒径が約0.5 μm から2.5 μm であり、前記孔隙体積が少なくとも0.1 mL/gであり、前記コーティングが該コーティングの重量を基準にして約0.006重量%から0.020重量%の多孔性粒子を含むことを特徴とする2.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

16. 延伸リエステルフィルムの少なくとも1つの表面上をコーティングすることによって形成された、コーティングされたリエステルフィルムであって、コーティング組成物が有機ポリマーと、コーティングの重量を基準にして約0.002重量%から1.5重量%の多孔性樹脂とを含み、該多孔性樹脂が少なくとも0.03 mL/gの孔隙体積および約0.5 μm から4.5 μm の粒径を有することを特徴とするコーティングされたリエステルフィルム。

17. 前記多孔性粒子がアルミナ粒子および部分的に焼成されたポリシロキサン粒子からなる群から選択されることを特徴とする16.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

18. 前記コーティング組成物が前記コーティング組成物に存在する全固形物の重量を基準にして0.006重量%から0.02重量%の多孔性粒子を含み、該多孔性粒子が約0.5 μm から3.0 μm の粒径を有することを特徴とする17.に記載のコーティングされたリエステルフィルム。

19. コーティングされたリエステルフィルムを形成するための方法であって、該方法は：リエステルフィルムの少なくとも1つの表面上をコーティングする工程であって、コーティング組成物が有機ポリマーと前記コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準にして約0.002重量%から1.5重量%の多孔性粒子を含み、該多孔性粒

10

20

30

40

50

子が少なくとも 0.03 mL/g の孔隙体積および約 $0.5 \mu\text{m}$ から $4.5 \mu\text{m}$ の粒径を有する工程と；前記フィルムを延伸して、その大きさを約 2 ～ 約 4 倍に増大させる工程とを備えたことを特徴とする方法。

20． 前記多孔性粒子がアルミナ粒子および部分的に焼成されたポリシロキサン粒子からなる群から選択され、前記コーティング組成物が該コーティング組成物中に存在する全固形物の重量を基準にして 0.006 重量% から 0.02 重量% の多孔性粒子を含み、該多孔性粒子が約 $0.5 \mu\text{m}$ から $3.0 \mu\text{m}$ の粒径を有することを特徴とする方法。

フロントページの続き

(74)代理人 100119013

弁理士 山崎 一夫

(74)代理人 100123777

弁理士 市川 さつき

(72)発明者 チャペル コーネル ジュニア

アメリカ合衆国 2 3 8 0 5 バージニア州 ピーターズバーグ パークレー アベニュー 1 6
5 0

(72)発明者 シッディクイ ジュナード アーメッド

アメリカ合衆国 2 3 2 3 7 バージニア州 リッチモンド ターキー オーク ロード 5 7 2
0

合議体

審判長 松浦 新司

審判官 吉 澤 英一

審判官 大島 祥吾

(56)参考文献 特開平 6 - 2 7 9 6 0 8 (J P , A)

特開平 6 - 2 9 7 6 6 1 (J P , A)

特開平 1 - 3 2 0 1 6 1 (J P , A)

特表平 1 0 - 5 0 2 5 8 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08J7/04-7/06

B32B1/00-35/00