

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4665389号
(P4665389)

(45) 発行日 平成23年4月6日(2011.4.6)

(24) 登録日 平成23年1月21日(2011.1.21)

(51) Int.Cl.

F 1

C O 8 G 63/82 (2006.01)

C O 8 G 63/82

請求項の数 5 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2003-368533 (P2003-368533)	(73) 特許権者	000003159
(22) 出願日	平成15年10月29日(2003.10.29)		東レ株式会社
(65) 公開番号	特開2004-182975 (P2004-182975A)		東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(43) 公開日	平成16年7月2日(2004.7.2)	(72) 発明者	本間 良宏
審査請求日	平成18年9月15日(2006.9.15)		静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2002-333695 (P2002-333695)		三島工場内
(32) 優先日	平成14年11月18日(2002.11.18)	(72) 発明者	坂本 純
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
			三島工場内
		(72) 発明者	青山 雅俊
			静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
			三島工場内
		審査官	佐藤 のぞみ

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエステル組成物およびポリエステルフィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チタン元素と、アルカリ金属元素と、立体障害フェノール化合物とを含み、前記チタン元素の含有量がチタン金属原子重量として0.5～50ppm、アルカリ金属元素の含有量がアルカリ金属原子重量として1～30ppm、かつ、アンチモン元素の含有量がアンチモン金属原子重量として30ppm以下であるポリエステル組成物。

【請求項 2】

リン酸、亜リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ホスフィンオキサイド、亜ホスホン酸、亜ホスフィン酸、ホスフィン、ホスフェート、ホスファイト、ホスホネートおよびホスフィネートからなる群から選ばれる少なくとも1種のリン化合物を含有している、請求項1に記載のポリエステル組成物。

【請求項 3】

ヒドロキシ多価カルボン酸または含窒素多価カルボン酸を反応させたチタンキレート化合物を含有している、請求項1または2に記載のポリエステル組成物。

【請求項 4】

アルカリ金属元素の含有量をM_a(モル/g)、アルカリ土類金属元素の含有量をM_d(モル/g)、リン元素の含有量をM_pとしたとき、M_a、M_dおよびM_pが次式を満足している、請求項1～3のいずれかに記載のポリエステル組成物。

$$M_a + 2 \times M_d \leq 3 \times M_p$$

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のポリエステル組成物を含むポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、実質的にアンチモン化合物を含有せず、色調や耐熱性に優れ、異物が少なく、生産性の高いポリエステル組成物およびポリエステルフィルムに関する。

【背景技術】

【0002】

一般にポリエチレンテレフタレートは、テレフタル酸またはそのエステル形成性誘導体とエチレングリコールから製造されるが、高分子量のポリマーを製造する商業的なプロセスでは、重縮合触媒としてアンチモン化合物が広く用いられている。しかしながら、アンチモン化合物を含有するポリマーは以下に述べるような幾つかの好ましくない特性を有している。

【0003】

例えば、アンチモン触媒を使用して得られたポリマーを熔融紡糸して繊維とするときに、アンチモン触媒の残渣が口金孔周りに堆積することが知られている。この堆積が進行するとフィラメントに欠点が生じる原因となるため、適時除去する必要がある。アンチモン触媒残渣の堆積が生じるのは、ポリマー中のアンチモン化合物が口金近傍で変性し、一部が気化、散逸した後、アンチモンを主体とする成分が口金に残るためであると考えられている。また、ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステルの製造において、アンチモン化合物を重縮合触媒として使用した場合、ポリエステルの長時間にわたって連続的に製膜すると、口金周辺に異物が付着堆積し、フィルムとした場合に口金筋が発生したり、フィルムの表面に析出して表面欠点の原因となる問題がある。

【0004】

また、触媒としてゲルマニウム化合物が知られているが、ゲルマニウム化合物は非常に高価であり汎用的に用いることは難しい。

【0005】

さらにアンチモン化合物以外の重縮合触媒としてチタンテトラブトキシドなどのようなチタン化合物を用いることも提案されているが、このようなチタン化合物を使用すると上記のような口金筋やフィルムの表面欠点などの問題は解決されるものの、得られたポリエステル自身が黄色く着色し、また、熔融熱安定性も不安定となり、フィルムの破れなどが生じ、生産性の悪化を招くという問題がある。上記着色問題を解決するためにコバルト化合物をポリエステルの添加して黄味を抑えることが一般的に行われているが、熔融熱安定性が低下し、これもまた生産性が悪化する。チタン系触媒における色調、耐熱性の問題を改善する方法として、例えば、特許文献 1 にはチタンと珪素からなる複合酸化物を触媒として用いる方法が提案されているが、この方法では、たとえば、得られたポリエステルのフィルム用途に用いる場合には、触媒起因の異物によって糸切れが多発したり、ポリマーの過熱の際の濾圧が上昇するなどの問題が十分に解消できないなどの問題があった。また、特許文献 2 にはチタンハロゲン化合物を加水分解してなるチタン化合物触媒が提案されているが、たとえば、厚物フィルムを作製する場合、ポリエステル自身の黄味が大きく、色調調整剤自身によりフィルムが黒く着色するなどの問題があり、さらに光学用途など、特にわずかな色調の違いが問題となる場合には改善が不十分であった。

【特許文献 1】国際公開第 95 / 18839 号パンフレット

【特許文献 2】特開 2001 - 89557 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の目的は、上記した従来技術の問題を解決し、実質的にアンチモン化合物を含有せず、色調、耐熱性に優れ、異物が少なく、生産性の高いポリエステル組成物およびポリエステルフィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記目的を達成するために本発明は、チタン元素と、アルカリ金属元素と、立体障害フェノール化合物とを含み、前記チタン元素の含有量がチタン金属原子重量として0.5～50ppm、アルカリ金属元素の含有量がアルカリ金属原子重量として1～30ppm、かつ、アンチモン元素の含有量がアンチモン金属原子重量として30ppm以下であるポリエステル組成物を特徴とする。

【0008】



(R：炭素原子の数が2～10の有機基(互いに同一でも異なってもよい))

m：1～4の整数)

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、色調が良く、耐酸化分解性が良好であり、さらに異物の少ないポリエステル組成物を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明のポリエステル組成物はジカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体及びジオールまたはそのエステル形成性誘導体から合成されるポリマーであれば特に限定はない。

【0011】

このようなポリエステル組成物としては、全酸成分に対して共重合成分を含有していてもよい。具体的には、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体、アジピン酸、セバシン酸等の脂肪族ジカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体、シクロヘキサンジカルボン酸等の脂環式ジカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体等が挙げられる。

【0012】

また、本発明のポリエステル組成物には、ジオール成分の共重合成分を含有してもよい。具体的には、プロパンジオール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ヘキサメチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、シクロヘキサンジメタノール等またはそのエステル形成性誘導体が挙げられる。

【0013】

本発明のポリエステル組成物は、チタン元素と、アルカリ金属元素と、立体障害フェノール化合物とを含んでいる。このチタン元素は、たとえば触媒として用いられるチタン化合物に由来する元素として存在するものである。チタン元素を含む、触媒能を有する化合物と上記立体障害性化合物とが存在することにより、チタン錯体化合物が形成されるため、チタンの活性を適度に抑えることが可能となる。その結果、触媒自身の加水分解やポリエステル組成物の熱分解を抑制することができ、また、色調を著しく改善することができる。

【0014】

また、本発明のポリエステル組成物は、

(1)チタン元素と、

(2)アルカリ金属元素と、

(3)立体障害フェノール化合物と、チタン元素を含む化合物との反応生成物とを含み、前記チタン元素の含有量がチタン金属原子重量として0.5～50ppm、アルカリ金属元素の含有量がアルカリ金属原子重量として1～30ppm、かつ、アンチモン元素の含有量がアンチモン金属原子重量として30ppm以下であるポリエステル組成物であってもよい。

【0015】

本発明において触媒として用いるチタン化合物は、チタンキレート化合物やテトラアル

10

20

30

40

50

コキシチタン化合物が好ましい。例えばチタンアセチルアセトネート、チタンテトラアセチルアセトネート、チタンオクチレングリコレート、チタンラクテート、チタンエチルアセトアセテート、クエン酸チタン、チタンベルオキシクエン酸チタンアンモニウムなどのチタンキレートやテトライソプロピルチタネート、テトラブチルチタネート、テトラ(2-エチルヘキシル)チタネート、テトラメチルチタネートなどのアルキルチタネートなどを挙げることができるが、なかでも、チタンキレート、テトラブチルチタネートを用いることが好ましい。

【0016】

また、アルカリ金属元素の含有量をアルカリ金属原子重量として1~30ppmとすることによりアルカリ性になり、チタン化合物の加水分解を抑制することができる。アルカリ金属元素の含有量としては好ましくは1~15ppmである。30ppmを超える含有量であると、異物発生の原因となり得る。アルカリ金属元素の導入は、たとえば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウムなどの化合物を所定量添加することにより実現できる。

【0017】

さらに、本発明のポリエステル樹脂はリン化合物を含有していることが好ましい。具体的には、リン酸、亜リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ホスフィンオキサイド、亜ホスホン酸、亜ホスフィン酸、ホスフィン、ホスフェート、ホスファイト、ホスホネートおよびホスフィネートからなる群から選ばれる少なくとも1種のリン化合物を用いることができる。具体的な化合物としてはリン酸、トリメチルリン酸、エチルジエチルホスホノアセテート、フェニルジプロピルホスホネートなどが好ましい。これらリン化合物を含有していることにより、チタン触媒の耐熱性を改善し、色調b値を向上することができる。

【0018】

チタン化合物はチタン錯体を形成していることが好ましい。チタン錯体とは、チタン原子に配位する能力を持ったキレート剤を含有するチタン化合物であって、特に限定されないが、中でも多価カルボン酸のチタンキレート化合物を用いると、得られるポリマーの色調が良好となり、異物生成も少なく好ましい。特にヒドロキシ多価カルボン酸や含窒素多価カルボン酸を含有し、これらがチタンキレートを形成していることが好ましい。さらに好ましくはヒドロキシ多価カルボン酸のチタンキレート化合物である。このようなチタン錯体を形成するキレート剤としては、フタル酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ヘミメリット酸、ピロメリット酸等の多価カルボン酸、リンゴ酸、クエン酸等のヒドロキシ多価カルボン酸、エチレンジアミン四酢酸、ニトリロ三プロピオン酸、カルボキシイミノ二酢酸、カルボキシメチルイミノ二プロピオン酸、ジエチレントリアミノ五酢酸、トリエチレントトラミノ六酢酸、イミノ二酢酸、イミノ二プロピオン酸、ヒドロキシエチルイミノ二酢酸、ヒドロキシエチルイミノ二プロピオン酸、メトキシエチルイミノ二酢酸等の含窒素多価カルボン酸が挙げられる。

【0019】

また、立体障害フェノール化合物とチタン錯体を形成することも好ましい。このチタン錯体は、錯体を形成しない場合に比べて活性が弱められるため、触媒自身の加水分解やポリエステル組成物の熱分解を抑制することができる。また、色調改善効果とラジカル抑制効果が発揮されるので、ポリエステル組成物に対して安定剤として作用する。

【0020】

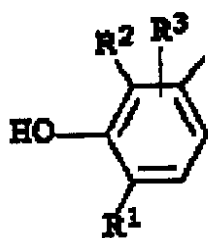
立体障害フェノール化合物としては、フェノール構造を有し、フェノール環に少なくとも1個のかさ高い基を持つ化合物であれば用いることができる。具体的には、以下の構造を有する化合物であると好ましい。

【0021】

(式1)

【0022】

【化 1】



(但し、 R^1 、 R^2 ：アルキル基、置換アルキル基、または、置換トリアゾール基（それぞれ同一でも異なってもよい）

R^3 ：アルキル基、置換アルキル基、アルコキシ基、または、置換アミノ基）

このような化合物の例としては 2，2'-メチレンビス（4-メチル-6-tert-ブチルフェノール）、1，6ヘキサンジオールビス〔3-（3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオナート〕、ペンタエリスリトールテトラキス〔3-（3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオナート〕、ジステアリル 3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホナート、2，6，7-トリオキサ-1-ホスファビシクロ〔2.2.2〕オクタ-4-イルメチル 3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシンナマート、3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル-3，5-ジステアリルチオトリアジリアミン、2-（2'-ヒドロキシ-3'-ヒドロキシ-3'，5'-ジ-tert-ブチルフェニル）-5-クロロベンゾトリアゾール、2，6-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシメチルフェノール、1，3，5-トリメチル-2，4，6-トリス（3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル）ベンゼン、4，4'-メチレンビス（2，6-ジ-tert-ブチルフェノール）、3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルジメチルアミン、N，N'-ヘキサメチレンビス-3，5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシンナミドなどがある。中でも、ジエチル〔〔3，5-ビス（1，1-ジメチルエチル）-4-ヒドロキシフェニル〕メチル〕ホスフォネートが特に効果が優れており好ましい。この化合物は、例えばチバ・スペシャリティー・ケミカルズ社から“IRGANOX 1222”として市販されている。

【0030】

これらは、個別に使用しても、混合物として使用することもでき、使用される量は、成形材料の重量に対して、0.0001 から 1 重量%であり、好ましくは 0.001 ~ 0.1 重量%である。

【0031】

本発明における重合用触媒としてのチタン化合物は得られるポリマー重量に対してチタン元素重量として 0.5 ~ 50 ppm 含まれていると重合活性が高く、得られるポリマーの色調及び耐熱性も良好となり好ましい。50 ppm を超える量を含んでいると耐熱性が悪化し、さらに触媒起因の異物の要因となる。含有量として、より好ましくは 1 ~ 30 ppm、更に好ましくは 1 ~ 20 ppm である。これらチタン化合物の所定量をポリマーに含有させるためには、それら化合物の添加時に所定量を添加すればよい（添加量がそのままポリマー中に保持される）。

【0032】

本発明の重合用触媒としてのチタン化合物は、ポリエチレンテレフタレートの反応系にそのまま添加してもよいが、あらかじめ該化合物をエチレングリコール等のポリエステルを形成するジオール成分を含む溶媒と混合し、溶液またはスラリーとし、必要に応じて該化合物合成時に用いたアルコール等の低沸点成分を除去した後、反応系に添加すると、ポリマーでの異物生成がより抑制されるため好ましい。添加時期はエステル化反応触媒やエステル交換反応触媒として、原料添加直後に触媒を添加する方法や、原料と同伴させて触媒を添加する方法がある。また、重縮合反応触媒として添加する場合は、実質的に重縮合

10

20

30

40

50

反応開始前であればよく、エステル化反応触媒やエステル交換反応触媒と一緒にさらに重縮合反応触媒を添加してもよい。

【 0 0 3 3 】

本発明のポリエチレンテレフタレートにおいてはアンチモン化合物及びゲルマニウム化合物の含有量が金属原子重量でそれぞれ 3 0 p p m 以下であることが好ましい。この範囲とすることで、成形加工時の口金汚れの発生等が少なく、かつ比較的安価なポリマーを得ることができる。より好ましくは、各化合物の含有量はそれぞれ 1 0 p p m 以下、特に実質的に含有しないことが好ましい。

【 0 0 3 4 】

また、ポリエステル組成物を例えばフィルムとして使用する場合、アルカリ金属元素の含有量を M_a (モル / \underline{t})、アルカリ土類金属元素の含有量を M_d (モル / \underline{t})、リン元素の含有量を M_p としたとき、 M_a 、 M_d および M_p が次式を満足していることが好ましい。

【 0 0 3 5 】

$$M_a + 2 \times M_d - 3 \times M_p$$

上記式は、 $M_a + 2 \times M_d$ を M 、 $3 \times M_p$ を P とすれば $M - P \geq 0$ と同義であり、好ましくは $M - P \geq 0.5$ である。 $M - P < 0$ であると、制電印加キャスト性が不良となり、溶融押し出しキャスト時にフィルムとキャストイングドラムとの間に空気が入りやすくなり、製膜速度を下げざるを得ない状況になりやすく、生産性の悪化を招く。上記式を満足させるために用いるアルカリ金属元素含有化合物やアルカリ土類金属元素含有化合物としては、特に限定されないが具体的には、例えば、酢酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸マグネシウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化マグネシウムなどを用いることができる。

【 0 0 3 6 】

本発明においては重合反応の途中でポリマーの色調を向上させたり、得られるポリマーの耐熱性を向上させる目的でリン化合物を用いてもよいが、重合用触媒としてのチタン化合物が失活しやすいため、得られるポリマーに対してリン原子重量で 2 0 p p m 以下となるように添加することが好ましく、より好ましくは重合活性の点からは実質的に添加しない方がよい。しかしながら、色調の観点からは添加した方が好ましく、全体的に考えると少量添加することが好ましい。また添加する場合には、リン化合物を添加した後に重合用触媒としてチタン化合物を添加すると重合時間の遅延が少なくなり好ましい。ここでリン化合物としては、リン酸、亜リン酸、ホスホン酸、フェニルホスホン酸、ホスフィン酸あるいはこれらのメチルエステル、エチルエステル等を用いることができるが、特にこれらに限定されない。

【 0 0 3 7 】

また、蛍光増白剤、たとえば、“Plastics Additives Handbook”, Ed. R. Gacher and H. Muller, Hanser verlag, 3rd Ed., 1990 P775-789” に列挙されているような蛍光増白剤を添加することにより色調を改善することも可能である。

【 0 0 3 8 】

また、アゾ系、トリフェニルメタン系、キノリン系、メチン系、ジオキサジン系、キナクリドン系、アンスラキノン系、フタロシアニン系などの有機青色顔料および無機青色顔料の 1 種以上からなる整色剤を添加することができる。

【 0 0 3 9 】

次に本発明のポリエステル組成物の製造方法について説明する。

【 0 0 4 0 】

ポリエチレンテレフタレートはたとえば、次のいずれかのプロセスにより製造することができる。すなわち、(1) テレフタル酸とエチレングリコールを原料とし、直接エステル化反応によって低重合体を得、さらにその後の重縮合反応によって高分子量ポリマーを得るプロセス、(2) ジメチルテレフタレートとエチレングリコールを原料とし、エステル交換反応によって低重合体を得、さらにその後の重縮合反応によって高分子量ポリマー

10

20

30

40

50

を得るプロセスである。ここでエステル化反応は無触媒でも反応は進行するが、本発明のチタン化合物を触媒として添加してもよい。また、エステル交換反応においては、たとえば、マンガン、カルシウム、マグネシウム、リチウム等の元素を含む触媒能を有する化合物や本発明のチタン触媒を用いて進行させ、またエステル交換反応が実質的に完結した後に、該反応に用いた触媒を不活性化する目的で、リン化合物を添加することが行われる。

【0041】

本発明においては、(1)または(2)の一連の反応の任意の段階、好ましくは(1)または(2)の一連の反応の前半で得られた低重合体に、重縮合触媒としてチタン化合物を添加し重縮合反応を行い、高分子量のポリエチレンテレフタレートを得る方法を探ることができる。

10

【0042】

また、上記の反応は回分式、半回分式あるいは連続式等の形式で実施されるが、本発明の製造方法はそのいずれの形式にも適応し得る。

【実施例】

【0043】

以下実施例により本発明をさらに詳細に説明する。なお、実施例中の物性値は以下に述べる方法で測定した。

【0044】

(1) ポリエチレンテレフタレート中のチタン元素、アンチモン元素及びゲルマニウム元素の含有量

20

蛍光X線元素分析装置(堀場製作所社製、MESA-500W型)またはICP発光分析装置(セイコーインスツルメンツ社製、SPS1700)により求めた。なお、必要に応じて、対象となるポリエチレンテレフタレート中の酸化チタン粒子等の無機粒子の影響を除去するために次の前処理をした上で蛍光X線またはICP発光分析を行った。すなわち、ポリエチレンテレフタレートをオルソクロロフェノールに溶解し、必要に応じてクロロホルムで該ポリマー溶液の粘性を調製した後、遠心分離器で粒子を沈降させる。その後、傾斜法で上澄み液のみを回収し、アセトン添加によりポリマーを再析出、濾過、洗浄して粒子を除去したポリマーとする。以上の前処理を施して得られた粒子を除去したポリマーについてチタン元素量、アンチモン元素及びゲルマニウム元素の分析を行った。

【0045】

30

(2) ポリマーの固有粘度()

オルソクロロフェノールを溶媒として25 で測定した。以降 と記す。

【0046】

(3) 融点

測定する試料約10mgを精秤し、アルミニウム製オープンパン及びパンカバーを用いて封入し、示差走査熱量計(パーキンエルマー社製、DSC7型)を用いて、窒素気流下、20 から285 まで16 /分の速度で昇温させ、その途中で観察される融点ピーク温度を融点とした。

【0047】

(4) 溶液ヘイズ

40

測定する試料約2gをオルソクロロフェノール20mLに溶解させ、ヘイズメーター(スガ試験機社製、HGM-2DP型)を用い、積分球式光電光度法にて分析を行った。なお、対象となるポリエチレンテレフタレート中の酸化チタン粒子等の無機粒子の影響を除去するため、上記(1)記載と同様な前処理を施してポリマーを得た。

【0048】

なお、溶液ヘイズが1%より小さければ異物の含有率が少なく、製膜性に優れたポリマーであるといえる。

【0049】

(5) ポリマーの色調

スガ試験機(株)社製の色差計(SMカラーコンピュータ形式SM-3)を用いて、ハ

50

ンター値 (L、a、b 値) として測定した。

【0050】

(6) ポリマーのゲル化率 (%)

ポリマーチップ 2 g 程度を フリーザミルで凍結粉碎し # 42 (350 μ 以下) でふるいわけし、減圧乾燥 (100、40 分、圧力 133 Pa)、秤量 (1.0 ± 0.01 g) 後、熱処理 (所定時間、300、大気下) 流量 100 ml / 分) を行う。

【0051】

熱処理終了後、80 \times 0.5 hr で溶解し (オルソクロロフェノール)、ガラスフィルター (3G3) でろ過し、ジクロロメタン 50 ~ 100 ml 程度で洗浄し、減圧乾燥 (110 \times 2.0 hr、圧力 133 Pa) し、フィルター上のろ上物を秤量し、処理ポリマーの重量に対するゲル化率 (%) を算出した。

10

【0052】

(7) 異物数

クラス 100 のクリーンルームにてチップを (濃塩酸 : 純水 = 1 : 1) で 1 分間超音波洗浄した後、純水で 1 分間超音波洗浄し、その後、ホットプレート上のカバーガラス上で融解し、気泡が入らないようにカバーガラスを載せてサンプルを作成し、キーエンス社製デジタル顕微鏡 (VHZ - 450) を用いて暗視野法 (450 倍) で 4 視野測定しその平均で観察した。1 μ m 以上の欠点を異物と判断した。視野面積 0.0034 cm^2 、厚み約 40 μ m から 0.02 mg チップ中の異物を測定している。

20

【0053】

(8) フィルムの粗大突起数 H1、H2

測定面 (100 cm^2) 同士を 2 枚重ね合わせて静電気力 (印加電圧 5.4 kV) で密着させた後、2 枚のフィルム間で粗大突起の光の干渉によって生じるニュートン環から粗大突起の高さを判定し、1 重環以上の粗大突起数を H1、2 重環以上の粗大突起数を H2 とした。なお、光源はハロゲンランプに 564 nm のバンドパスフィルタをかけて用いた。

【0054】

ただし、上記測定面積で測定困難である場合には、測定面積を適宜変更し、100 cm^2 に換算しても良い。(例えば、測定面積 1 cm^2 として、50 視野について測定し、100 cm^2 に換算する。)

30

また、上記手法での測定が困難である場合は、3次元粗さ計 (小坂研究所製 SE - 3 AK : 下記条件で、フィルム幅方向に走査して 50 回測定を行う。触針先端半径 2 μ m、触針荷重 0.07 g、測定面積幅 0.5 mm \times 長さ 15 mm (ピッチ 0.1 mm)、カットオフ値 0.08 mm) を用いて、高さ 0.28 μ m 以上の突起個数と高さ 0.56 μ m 以上の突起個数を測定し、100 cm^2 に換算することによって、H1、H2 を求めても良い。さらに、必要に応じて、原子間力顕微鏡 (AFM) や 4 検出式 SEM など種々のフィルム表面の突起個数測定手法を併用しても良い。

【0055】

(9) ポリエステル中のリチウムなどアルカリ金属の含有量 (原子吸光法)

日立製作所社製偏光ゼーマン原子吸光光度計型番 180 - 80 (フレイム : アセチレン - 空気) を用いて原子吸光法により測定した。ポリマー 8 g を光源として中空陰極ランプを用いて、フレイム方式で原子化し、測光部により検出して予め作成した検量線を用いて金属含有量に換算した。

40

【0056】

(10) 溶融比抵抗

銅板 2 枚を電極として、間にテフロン (登録商標) のスペーサーを挟んで銅板 22 cm^2 、銅板間隔 9 mm の電極を作成するこの電極を 290 で溶融したポリマー中に沈め電極間に 5,000 V の電圧を加えたときの電流量から抵抗値を算出した。

【0057】

(チタンリンゴ酸キレート化合物の合成方法)

50

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソプロポキシド (284.8 g、1.00 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (217.85 g、3.51 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 50 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (380 g、3.04 モル) の 32 重量/重量% 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 15 分間攪拌し、そしてその反応フラスコにリンゴ酸アンモニウムの 85 重量/重量% 水溶液 (355.0 g、2.00 モル) を加え透明な淡黄色の生成物を得た。(Ti 含有量 3.9 重量%) を得た。

【0058】

(チタンリンゴ酸キレート化合物と立体障害リン化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソプロポキシド (284.8 g、1.00 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (217.85 g、3.51 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 50 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (380 g、3.04 モル) の 32 重量/重量% 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 15 分間攪拌し、そしてその反応フラスコにリンゴ酸アンモニウムの 85 重量/重量% 水溶液 (355.0 g、2.00 モル)、立体障害リン化合物: “IRGAFO S 12” (登録商標) 100 g を加え、淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3.6 重量%) を得た。{触媒 i}

(チタンリンゴ酸キレート化合物と立体障害フェノール化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソプロポキシド (284.8 g、1.00 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (217.85 g、3.51 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 50 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (380 g、3.04 モル) の 32 重量/重量% 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 15 分間攪拌し、そしてその反応フラスコにリンゴ酸アンモニウムの 85 重量/重量% 水溶液 (355.0 g、2.00 モル)、立体障害フェノール化合物: “IRGANOX 1222” (登録商標) 100 g を加え、淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3.6 重量%) を得た。{触媒 i i}

(チタンリンゴ酸キレート化合物と立体障害フェノール化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソプロポキシド (284.8 g、1.00 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (217.85 g、3.51 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 50 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (380 g、3.04 モル) の 32 重量/重量% 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 15 分間攪拌し、そしてその反応フラスコにリンゴ酸アンモニウムの 85 重量/重量% 水溶液 (355.0 g、2.00 モル)、立体障害フェノール化合物: “IRGANOX 1010” (登録商標) 100 g を加え、淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3.6 重量%) を得た。{触媒 i i i}

(チタン乳酸キレート化合物と立体障害フェノール化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソプロポキシド (284.8 g、1.00 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (217.85 g、3.51 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 50 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (380 g、3.04 モル) の 32 重量/重量% 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 15 分間攪拌し、そしてその反応フラスコに乳酸アンモニウムの 85 重量/重量% 水溶液 (251.98 g、2.00 モル) を加え、立体障害フェノール化合物: “IRGANOX 1222” (登録商標) 100 g を加え、淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3.9 重量%) {触媒 i v} を得た。

【0059】

(チタンクエン酸キレート化合物と立体障害フェノール化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトライソ

10

20

30

40

50

プロポキシド (2 8 4 . 8 g 、 1 . 0 0 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (2 1 7 . 8 5 g 、 3 . 5 1 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 5 0 に加温するように調節した。その溶液に NaOH (3 8 0 g 、 3 . 0 4 モル) の 3 2 重量 / 重量 % 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。その反応混合物を 1 5 分間攪拌し、そしてその反応フラスコにクエン酸アンモニウムの 8 5 重量 / 重量 % 水溶液 (4 9 2 . 0 g 、 2 . 0 0 モル) 、立体障害フェノール化合物 : “ I R G A N O X 1 2 2 2 ” (登録商標) 1 0 0 g を加え、淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3 . 5 重量 %) を得た。{ 触媒 v } (チタンアルコキシド化合物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトラプロキシド (3 4 0 g 、 1 . 0 0 モル) に滴下漏斗からエチレングリコール (2 1 7 . 8 5 g 、 3 . 5 1 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 5 0 に加温するように調節した。その反応混合物を 1 5 分間攪拌し、そしてその反応フラスコに NaOH (1 2 5 g 、 1 . 0 0 モル) の 3 2 重量 / 重量 % 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えて透明な黄色の液体を得た (Ti 含有量 7 . 0 2 重量 %) 。{ 触媒 v i }

(チタンアルコキシド化合物と立体障害フェノール化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 1 L のフラスコ中に攪拌されているチタンテトラプロキシド (3 4 0 g 、 1 . 0 0 モル) をに滴下漏斗からエチレングリコール (2 1 7 . 8 5 g 、 3 . 5 1 モル) を加えた。添加速度は、反応熱がフラスコ内容物を約 5 0 に加温するように調節した。その反応混合物を 1 5 分間攪拌し、そしてその反応フラスコに NaOH (1 2 5 g 、 1 . 0 0 モル) の 3 2 重量 / 重量 % 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。それに立体障害フェノール化合物 : “ I R G A N O X 1 2 2 2 ” (登録商標) 1 0 0 g を加えて透明な黄色の液体を得た (Ti 含有量 6 . 1 3 重量 %) 。{ 触媒 v i i }

(チタンクエン酸キレート化合物と立体障害リン化合物の反応生成物の合成方法)

攪拌機、凝縮器及び温度計を備えた 3 L のフラスコ中の温水 (3 7 1 g) にクエン酸・一水和物 (5 3 2 g 、 2 . 5 2 モル) 、立体障害リン化合物 (ビス (2 , 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェニル) ペンタエリスリトール - ジフォスファイト) (3 1 6 g 、 0 . 5 モル) を溶解させた。この攪拌されている溶液に滴下漏斗からチタンテトライソプロポキシド (2 8 8 g 、 1 . 0 0 モル) をゆっくり加えた。この混合物を 1 時間加熱、還流させて曇った溶液を生成させ、これよりイソプロパノール / 水混合物を減圧下で蒸留した。その生成物を 7 0 より低い温度まで冷却し、そしてその攪拌されている溶液に NaOH (3 8 0 g 、 3 . 0 4 モル) の 3 2 重量 / 重量 % 水溶液を滴下漏斗によりゆっくり加えた。得られた生成物をろ過し、次いでエチレングリコール (5 0 4 g 、 8 0 モル) と混合し、そして減圧下で加熱してイソプロパノール / 水を除去し、わずかに曇った淡黄色の生成物 (Ti 含有量 3 . 0 7 重量 %) を得た。{ 触媒 v i i i }

(実施例 1)

高純度テレフタル酸 (三井化学社製) 1 0 0 k g とエチレングリコール (日本触媒社製) 4 5 k g のスラリーを予めビス (ヒドロキシエチル) テレフタレート約 1 2 3 k g が仕込まれ、温度 2 5 0 、圧力 $1 . 2 \times 10^5$ Pa に保持されたエステル化反応槽に 4 時間かけて順供給し、供給終了後もさらに 1 時間かけてエステル化反応を行い、このエステル化反応生成物の 1 2 3 k g を重縮合槽に移送した。

【 0 0 6 0 】

引き続き、エステル化反応生成物が移送された前記重縮合反応槽に、触媒 v i を、得られるポリマーに対してチタン原子重量で 5 p p m となるように添加し、その後、立体障害フェノール化合物 : “ I R G A N O X 1 2 2 2 ” (登録商標) をポリマーに対して 1 0 p p m となるように加え、酢酸マグネシウム溶液をマグネシウム原子重量で 5 0 p p m となるように添加し、リン化合物としてリン酸をリン原子重量で 1 0 p p m となるように添加し、その後、低重合体を 3 0 r p m で攪拌しながら、反応系を 2 5 0 から 2 8 5 まで徐々に昇温するとともに、圧力を 4 0 Pa まで下げた。最終温度、最終圧力到達までの時間はともに 6 0 分とした。所定の攪拌トルクとなった時点で反応系を窒素パージし常圧に戻し重縮合反応を停止し、冷水にストランド状に吐出、直ちにカッティングしてポリマ

10

20

30

40

50

ーのペレットポリエステル組成物 (A) を得た。なお、減圧開始から所定の攪拌トルク到達までの時間は3時間であった。

【0061】

得られたポリマーの は0.63、ポリマーの融点は259、溶液ヘイズは0.8%であった。また、ポリマーから測定したチタン触媒由来のチタン原子の含有量は5ppmであることを確認した。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0062】

(実施例2)

実施例1で用いた触媒 vi の代わりとして触媒 vii を用いるほかはすべて実施例1と同様にしてポリマーのペレット (ポリエステル組成物 (B)) を得た。得られたポリマーの は0.64、ポリマーの融点は260、溶液ヘイズは0.5%であった。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0063】

(参考例1)

高純度テレフタル酸 (三井化学社製) 100kg とエチレングリコール (日本触媒社製) 45kg のスラリーを予めビス (ヒドロキシエチル) テレフタレート約123kg が仕込まれ、温度250、圧力 1.2×10^5 Pa に保持されたエステル化反応槽に4時間かけて順次供給し、供給終了後もさらに1時間かけてエステル化反応を行い、このエステル化反応生成物の123kg を重縮合槽に移送した。

【0064】

引き続いて、エステル化反応生成物が移送された前記重縮合反応槽に、触媒 i 溶液を得られるポリマーに対してチタン原子重量で5ppmとなるように添加し、酢酸マグネシウム溶液をマグネシウム原子重量で50ppmとなるように添加し、リン化合物としてリン酸をリン原子重量で10ppmとなるように添加し、その後、低重合体を30rpmで攪拌しながら、反応系を250 から285 まで徐々に昇温するとともに、圧力を40Paまで下げた。最終温度、最終圧力到達までの時間はともに60分とした。所定の攪拌トルクとなった時点で反応系を窒素パージし常圧に戻し重縮合反応を停止し、冷水にストランド状に吐出、直ちにカッティングしてポリマーのペレットポリエステル組成物 (C) を得た。なお、減圧開始から所定の攪拌トルク到達までの時間は3時間であった。

【0065】

得られたポリマーの は0.63、ポリマーの融点は259、溶液ヘイズは0.6%であった。また、ポリマーから測定したチタン触媒由来のチタン原子の含有量は5ppmであることを確認した。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0066】

(実施例4)

実施例3で用いた触媒 i の代わりとして触媒 iii を用いるほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット (ポリエステル組成物 (D)) を得た。得られたポリマーの は0.64、ポリマーの融点は260、溶液ヘイズは0.5%であった。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0067】

(実施例5)

実施例3で用いた触媒 i の代わりとして触媒 iii を用いるほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット (ポリエステル組成物 (E)) を得た。得られたポリマーの は0.64、ポリマーの融点は260、溶液ヘイズは0.5%であった。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0068】

(実施例6)

実施例3で用いた触媒 i の代わりとして触媒 iv を用いるほかはすべて実施例3と同様

10

20

30

40

50

にしてポリマーのペレット（ポリエステル組成物（F））を得た。得られたポリマーのは0.63、ポリマーの融点は259、溶液ヘイズは0.5%であった。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0069】

（実施例7）

実施例3で用いた触媒iの代わりとして触媒vを用いるほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット（ポリエステル組成物（G））を得た。得られたポリマーのは0.63、ポリマーの融点は259、溶液ヘイズは0.5%であった。色調が良好であり、耐酸化分解性もよく、異物が少なかった。結果を表1に示す。

【0070】

（比較例1）

実施例3で用いた触媒iの代わりとしてチタンリンゴ酸キレートを用いるほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット（ポリエステル組成物（H））を得た。得られたポリマーのは0.64、ポリマーの融点は260、溶液ヘイズは0.5%であった。異物は少ないものの耐酸化分解性に乏しく、色調も悪化した。結果を表1に示す。

【0071】

（比較例2）

実施例3で用いた触媒iの代わりとして三酸化アンチモン（住友金属鉱山社製）をアンチモン原子重量として200ppmを用いるほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット（ポリエステル組成物（I））を得た。得られたポリマーのは0.64、ポリマーの融点は262、溶液ヘイズは1.3%であった。異物が多い上に、酸化分解性も悪化した。結果を表1に示す。

【0072】

（比較例3）

実施例3で用いた触媒iの代わりとしてテトラブチルチタネート（日本曹達社製、TBT-100）を用いて、さらに酢酸マグネシウムを添加しないほかはすべて実施例3と同様にしてポリマーのペレット（ポリエステル組成物（J））を得た。得られたポリマーのは0.64、ポリマーの融点は260、溶液ヘイズは0.8%であった異物は比較的少ないものの、色調が悪かった。結果を表1に示す。

【0073】

（実施例8）

実施例1で得られたポリエステル組成物（A）を180で3時間、133Paで減圧乾燥して280に加熱された押出機Aに供給し、その後、表面温度25のキャストイングドラム上に溶融押出して、キャストドラム上に静電印加をかけながら融着させて急冷固化し、単層未延伸フィルムとした後、この未延伸フィルムをロール式延伸機にて90で縦に3.5倍、さらに、テンターを用いて、105で横に3.5倍ずつ延伸し、定長下で温度200で10秒間熱処理後、幅方向に2%の弛緩処理を行い、厚み10μmの2軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0074】

（実施例9）

押出機2台を用い、実施例1で得られたポリエステル組成物（A）を180で3時間、133Paで減圧乾燥し、主層（A層）押出機に供給した。また、実施例2で得られたポリエステル組成物（B）を180で3時間、133Paで減圧乾燥した後、副層（B層）押出機に供給して、Tダイ中で合流させ、二層ダイからキャストイングドラム上に溶融押出して、表面温度25のキャストドラム上に制電印加をかけながら融着させて急冷固化し、A/B型（厚み比6/1）の二層未延伸フィルムとした。次いで、この未延伸フィルムをロール式延伸機にて90で縦に3.5倍、さらに、テンターを用いて、105で横に3.5倍ずつ延伸し、定長下で温度200で10秒間熱処理後、幅方向に2%の弛緩処理を行い、厚み8μmの積層ポリエステルフィルムを得た（B層の積層厚み1.33μm）。製膜性は良好であった。こうして得られたフィルムは、粗大突起が少なく、色

10

20

30

40

50

調が良好であった。結果を表 2 に示す。

【 0 0 7 5 】

(実施例 1 0)

押出機 2 台を用い、実施例 4 で得られたポリエステル組成物 (D) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥し、主層 (A 層) 押出機に供給した。また、実施例 7 で得られたポリエステル組成物 (G) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥した後、副層 (B 層) 押出機に供給して、T ダイ中で合流させ、二層ダイからキャストイングドラム上に溶融押出して、表面温度 2 5 のキャストドラム上に制電印加をかけながら融着させて急冷固化し、A / B 型 (厚み比 6 / 1) の二層未延伸フィルムとした。次いで、この未延伸フィルムをロール式延伸機にて 9 0 で縦に 3 . 5 倍、さらに、テンターを用いて、1 0 5 で横に 3 . 5 倍ずつ延伸し、定長下で温度 2 0 0 で 1 0 秒間熱処理後、幅方向に 2 % の弛緩処理を行い、厚み 8 μ m の積層ポリエステルフィルムを得た (B 層の積層厚み 1 . 3 3 μ m) 。製膜性は良好であった。こうして得られたフィルムは、粗大突起が少なく、色調が良好であった。結果を表 2 に示す。

10

【 0 0 7 6 】

(比較例 4)

比較例 1 で得られたポリエステル組成物 (H) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥して押出機に供給し、キャストイングドラム上に溶融押出して、表面温度 2 5 のキャストドラム上に静電印加をかけながら融着させて急冷固化し、単層未延伸フィルムとした後、この未延伸フィルムをロール式延伸機にて 9 0 で縦に 3 . 5 倍、さらに、テンターを用いて、1 0 5 で横に 3 . 5 倍ずつ延伸し、定長下で温度 2 0 0 で 1 0 秒間熱処理後、幅方向に 2 % の弛緩処理を行い、厚み 1 0 μ m のポリエステルフィルムを得た。製膜性は良好であった。こうして得られたフィルムは、粗大突起は少ないものの、色調が悪く、さらに熱安定性が悪く生産性が悪化した。結果を表 2 に示す。

20

【 0 0 7 7 】

(比較例 5)

比較例 1 で得られたポリエステル組成物 (H) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥し、主層 (A 層) 押出機に供給した。また、比較例 2 で得られたポリエステル組成物 (I) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥した後、副層 (B 層) 押出機に供給して、T ダイ中で合流させ、二層ダイから表面温度 2 5 のキャストイングドラム上に溶融押出して、キャストドラム上に制電印加をかけながら融着させて急冷固化し、A / B 型 (厚み比 6 / 1) の二層未延伸フィルムとした。次いで、この未延伸フィルムをロール式延伸機にて 9 0 で縦に 3 . 5 倍、さらに、テンターを用いて、1 0 5 で横に 3 . 5 倍ずつ延伸し、定長下で温度 2 0 0 で 1 0 秒間熱処理後、幅方向に 2 % の弛緩処理を行い、厚み 8 μ m の積層ポリエステルフィルムを得た (B 層の積層厚み 1 . 3 3 μ m) 。製膜性はであった。こうして得られたフィルムは、粗大突起は多く、色調が悪く、さらに熱安定性が悪く生産性が悪化した。結果を表 2 に示す。

30

【 0 0 7 8 】

(比較例 6)

比較例 3 で得られたポリエステル組成物 (J) を 1 8 0 で 3 時間、1 3 3 P a で減圧乾燥して押出機に供給し、表面温度 2 5 のキャストイングドラム上に溶融押出して、キャストドラム上に静電印加をかけながら融着させて急冷固化し、単層未延伸フィルムとしたが、密着力が弱く、フィルムに凹凸が生じてしまった。結果を表 2 に示す。

40

【 0 0 7 9 】

(参考例 2)

実施例 3 で用いた触媒 i の代わりとして触媒 v i i i を用いるほかはすべて実施例 3 と同様にしてポリマーのペレット (ポリエステル組成物 (K)) を得た。得られたポリマーのは 0 . 6 2 、ポリマーの融点は 2 5 9 、溶液ヘイズは 0 . 4 % であった。

【 0 0 8 0 】

【表 1】

表 1		触媒			リン化合物名	ゲル化率 2.5時間	ポリマー 特性 η	色調		異物数 (個/ 0.02mg)	M-P	ポリエス テル組成 物
		化合物 I	化合物 II	化合物 I 添 加量(金属 量 ppm)	化合物 II 添 加量(pp m)			L	b			
実施例 1	チタンテトラブトキシド	IRGANOX 1222		5	10	リン酸	3.50%	0.63	60.1	8	10	2.1 (A)
実施例 2	チタンテトラブトキシド	IRGANOX 1222		5	10	リン酸	3.40%	0.64	60.1	7	3	2.1 (B)
参考例 1	チタンリンゴ酸キレート	IRGAFOS 12		5	10	リン酸	4.20%	0.63	60.1	7.5	10	2.1 (C)
実施例 4	チタンリンゴ酸キレート	IRGANOX 1222		5	10	リン酸	3.50%	0.64	60.2	7.5	3	2.1 (D)
実施例 5	チタンリンゴ酸キレート	IRGANOX 1010		5	10	リン酸	3.20%	0.64	60.2	8	3	2.2 (E)
実施例 6	チタン乳酸キレート	IRGANOX 1222		5	10	リン酸	3.50%	0.63	60.1	7.5	3	2.1 (F)
実施例 7	チタンクエン酸キレート	IRGANOX 1222		5	10	リン酸	3.50%	0.63	60.3	7.5	3	2.1 (G)
参考例 2	チタンクエン酸キレート	立体障害リン化合物		5	32.9	リン酸	3.10%	0.62	62.3	6.5	3	2.1 (K)
比較例 1	チタンリンゴ酸キレート	なし		5	なし	リン酸	7.20%	0.64	60.3	9.5	2	2.2 (H)
比較例 2	三酸化アンチモン	なし		200	なし	リン酸	7.10%	0.64	60.3	5.5	120	2.2 (I)
比較例 3	テトラブチルチタネート	なし		5	なし	リン酸	8.20%	0.64	60.3	13.2	20	—1 (J)

10

20

30

40

【表 2】

表2	ポリマー組成		異物数 (個/0.02mg)	ゲル化率 2.5時間	色調			表面粗大突起数	
	A層	B層			L	b	H1(個/100cm ²)	H2(個/100cm ²)	M-P
実施例8	ポリエステル組成物(A)		10	3.6	59.1	8.1		37	1
実施例9	ポリエステル組成物(A)	ポリエステル組成物(B)	3	3.5	59.1	7.2		19	1
実施例10	ポリエステル組成物(D)	ポリエステル組成物(G)	3	3.5	59.1	7.5		23	1
比較例4	ポリエステル組成物(H)		3	7.3	59.4	10.1		19	1
比較例5	ポリエステル組成物(H)	ポリエステル組成物(I)	60	7.5	57.3	8.8		110	2
比較例6	ポリエステル組成物(J)		5	6.5	57.3	8.8		110	2
									-1

【 0 0 8 1 】

10

20

30

40

【表 2】

表2

	ポリマー組成		異物数 (個／0.02mg)	ゲル化率 2.5時間	色調		表面粗大突起数		
	A層	B層			L	b	H1(個／100cm ²)	H2(個／100cm ²)	M—P
参考例4	ポリエステル組成物(A)		10	3.6	59.1	8.1	37	1	2.1
参考例5	ポリエステル組成物(A)	ポリエステル組成物(B)	3	3.5	59.1	7.2	19	1	2.1
実施例10	ポリエステル組成物(D)	ポリエステル組成物(G)	3	3.5	59.1	7.5	23	1	2.1
比較例4	ポリエステル組成物(H)		3	7.3	59.4	10.1	19	1	2.2
比較例5	ポリエステル組成物(H)	ポリエステル組成物(I)	60	7.5	57.3	8.8	110	2	2.2
比較例6	ポリエステル組成物(J)		5	6.5	57.3	8.8	110	2	-1

10

20

30

40

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2002-179781(JP,A)
特開2002-327052(JP,A)
特開2001-200046(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 63/00 - 63/91
C08L 67/00 - 67/08