



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 20 393 T2** 2005.09.29

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 022 132 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 20 393.7**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP99/03895**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 931 457.8**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/05070**

(86) PCT-Anmeldetag: **21.07.1999**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **03.02.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **26.07.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **22.09.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **29.09.2005**

(51) Int Cl.7: **B32B 27/34**

A23J 1/10, G11B 5/64

(30) Unionspriorität:

20517498 21.07.1998 JP

20517598 21.07.1998 JP

22683198 11.08.1998 JP

24301198 28.08.1998 JP

(73) Patentinhaber:

Teijin Ltd., Osaka, JP

(74) Vertreter:

**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European
Patent Attorneys, 81671 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB, NL

(72) Erfinder:

**HANDA, Makoto, Sagamihara-shi, Kanagawa
229-1105, JP; ONO, Mitsumasa, Sagamihara-shi,
Kanagawa 229-1105, JP**

(54) Bezeichnung: **Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, Verfahren zur Herstellung desselben und magnetisches Aufzeichnungsmedium**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

Technisches Gebiet

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, das zur Verwendung als ein Grundfilm für magnetische Aufzeichnungsmedien geeignet ist, auf ein Herstellungsverfahren hierfür und auf magnetische Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte, die daraus hergestellt werden. Genauer gesagt bezieht sie sich auf ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, das hinsichtlich seiner Handhabungseigenschaften wie Festigkeit, Rutschvermögen und Aufwickeleigenschaft, Abriebbeständigkeit, Leistungsstabilität unter einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Feuchtigkeit, und Funktionsbeständigkeit hervorragend ist; auf ein Herstellungsverfahren hierfür; und auf magnetische Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte, die daraus hergestellt werden.

Hintergrundtechnik

[0002] In den vergangenen Jahren ist ein bemerkenswerter Fortschritt bei magnetischen Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte erzielt worden, wie durch die Entwicklung und Verwirklichung eines magnetischen Aufzeichnungsmediums aus einem dünnen Metallfilm, worin ein ferromagnetischer dünner Metallfilm auf einem nicht magnetischen Substrat durch ein physikalisches Abscheidungsverfahren wie Vakuumaufdampfen oder Sputtern, oder ein Beschichtungsverfahren gebildet wird, und einem Dünnschicht-beschichteten magnetischen Aufzeichnungsmedium, worin ein nadelförmiges magnetisches Pulver, wie Metallpulver oder Eisenoxidpulver auf einen Film bis zu einer Dicke von nicht mehr als 2 µm beschichtet wird, exemplarisch dargestellt. Bekannte Beispiele des erst genannten umfassen ein Co-abgeschiedenes Band (siehe JP-A 54-147010) und ein vertikales magnetisches Aufzeichnungsmedium, bestehend aus einer Co-Cr-Legierung (siehe JP-A 52-134706). Bekannte Beispiele des letzteren umfassen ein extrem dünn beschichtetes magnetisches Aufzeichnungsmedium für hochdichtes magnetisches Aufzeichnen (siehe „Technical Report MR 94-78“ (1995-02), eingereicht vom Institute of Electronics und Communication Engineering, Japan).

[0003] Da ein beschichtetes magnetisches Aufzeichnungsmedium des Standes der Technik (magnetisches Aufzeichnungsmedium, worin ein Gemisch aus Magnetpulver und einem organischen Polymerbindemittel auf ein nicht magnetisches Substrat beschichtet wird) eine geringe Aufzeichnungsdichte und eine lange Aufzeichnungswellenlänge hat, beträgt die Dicke seiner Magnetschicht 2 µm oder mehr. Auf der anderen Seite weist ein dünner ferromagnetischer Metallfilm, der durch Mittel zur Bildung von dünnen Filmen, wie Vakuumaufdampfung, Sputtern oder Ionenplattieren, gebildet wurde, eine extrem kleine Dicke von 0,2 µm oder weniger auf. Im Falle eines extrem dünn beschichteten Mediums ist eine beschichtete Magnetschicht so extrem dünn wie 0,13 µm, trotzdem wird eine nicht magnetische Grundsicht bereitgestellt.

[0004] In den obigen magnetischen Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte hat der Oberflächenzustand des nicht magnetischen Substrats (Grundfilm) einen großen Einfluß auf die Oberflächeneigenschaften der Magnetschicht. Insbesondere im Falle eines magnetischen Aufzeichnungsmediums aus einem dünnen Metallfilm spiegelt sich der Oberflächenzustand des nicht magnetischen Substrats direkt auf der Oberfläche der Magnetschicht wieder (magnetische Aufzeichnungsschicht) wie durch Unebenheit, was Geräusche bei der Aufzeichnung und Reproduktionssignale verursacht. Daher ist es wünschenswert, daß die Oberfläche des nicht magnetischen Substrates so glatt wie möglich ist.

[0005] Auf der anderen Seite verschlechtert sich im Hinblick auf die Bildung des nicht magnetischen Substrates (Grundfilm) und seine Handhabungseigenschaften wie Zerkratzen, Aufwickeln und Abwickeln im Filmbildungsschritt, wenn die Oberfläche des Films zu glatt ist, das Rutschvermögen zwischen den Filmen, es tritt ein Blockierphänomen auf, die Form des gerollten Films (Rollenbildung) ist schlecht, mit dem Ergebnis, daß sich die Produktausbeute verringert und die Produktionskosten des Produktes steigen. Daher ist es aus Sicht der Herstellungskosten wünschenswert, daß die Oberfläche des nicht magnetischen Substrates (Grundfilm) so rauh wie möglich ist.

[0006] Um beide der obigen Merkmale, die genau entgegengesetzt zu einander sind, auf der Oberfläche des Grundfilms zu erhalten, ist es notwendig Vorsprünge auf der Oberfläche des Grundfilms zu bilden, die eine geeignete Höhe und Dichte haben, und aus Teilchen stammen, die optimierte Teilchendurchmesser haben.

[0007] Als ein Verfahren zu Bildung von Vorsprüngen auf der Oberfläche eines aromatischen Polyamidfilms

sind (a) ein Verfahren, worin eine vorbestimmte Menge an anorganischen Teilchen zugegeben wurde (JP-A 61-246919), (b) ein Verfahren, worin organische Polymerteilchen oder anorganische Teilchen, deren Oberflächen mit organischen Polymeren behandelt wurde, zugegeben wurden (JP-A 8-203064) vorgeschlagen worden. Es ist jedoch schwierig Flachheit und Handhabungseigenschaften zur gleichen Zeit durch das obige Verfahren der Zugabe von Teilchen und dergleichen, zu einer einzelnen Harzschicht, um Vorsprünge zu erhalten, zu erlangen, und insbesondere ist es extrem schwierig Defekte zu vermeiden, die zum Zeitpunkt da der Film in Rollenform aufgewickelt wird, auftreten, solange dieses Verfahren verwendet wird. Um dieses Problem zu lösen, ist ein aromatischer Polyamidfilm oder ein aromatischer Polyimidfilm vorgeschlagen worden, von denen eine Oberfläche eine andere Oberflächenrauigkeit aufweist als die andere und der durch Laminierung von zumindest zwei Harzschichten hergestellt wird (JP-A 1-247162). In diesem Fall werden extern zugegebene Teilchen, die zur Bildung von Vorsprüngen verwendet werden, jedoch in der zugegebenen Aufschlammung agglomerieren, so daß die Teilchen durch Reibung aus den Vorsprüngen fallen, wenn ein Führungsstift tatsächlich mit der Oberfläche des Films Kontakt hat, was dem Schritt schadet. Der Film weist noch einen anderen Fehler dahingehend auf, daß grobe Vorsprünge auf der Oberfläche, die aus Agglomeraten von Teilchen stammen, den Erhalt von Oberflächenglätte, was hervorragende elektromagnetische Umwandlungsmerkmale liefert, wenn er für ein magnetisches Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte, wie ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm, verwendet wird, beeinflussen.

[0008] Ferner erzeugt ein aromatisches Polyamidharz Chlorwasserstoffsäure bei seiner Polymerisationsreaktion, die neutralisiert werden muß. Wenn das durch die Neutralisation hergestellte Salz bei der Filmbildung nicht vollständig entfernt wird, wird der dünne Magnetfilm für ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Magnetfilm insbesondere unter einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Feuchtigkeit beschädigt, so daß der Film seine Leistung nicht für lange Zeit stabil halten kann.

[0009] EP 0879695 A2 offenbart einen biaxial gestreckten Laminatfilm und magnetische Aufzeichnungsmedien aus diesem Film.

Problem, das durch die Erfindung gelöst werden soll

[0010] Das erste Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, die Probleme des Standes der Technik zu lösen und ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, das zur Verwendung als ein Grundfilm für ein magnetisches Aufzeichnungsmedium geeignet ist, der gleichzeitig hohe Abriebbeständigkeit und hohe Flachheit erlangt, während er hervorragende Handhabungseigenschaften wie Festigkeit, Rutschvermögen und Aufwickeleigenschaft aufweist, und der ebenso eine hervorragende Leistungsstabilität unter einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Feuchtigkeit zeigt, und ein Herstellungsverfahren hierfür bereitzustellen.

[0011] Ein zweites Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, ein magnetisches Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte aus einem dünnen Metallfilm und ein mehrfach beschichtetes magnetisches Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte, hergestellt aus dem Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, die hervorragende elektromagnetische Merkmale aufweisen und für die Aufzeichnung mit hoher Dichte geeignet sind, bereitzustellen.

Mittel zur Lösung des Problems

[0012] Gemäß den Studien der betreffenden Erfinder ist herausgefunden worden, daß die Ziele der vorliegenden Erfindung durch ein Filmlaminat wie in Anspruch 1 definiert erlangt werden können.

[0013] Das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung wird hierin nachstehend ausführlicher beschrieben.

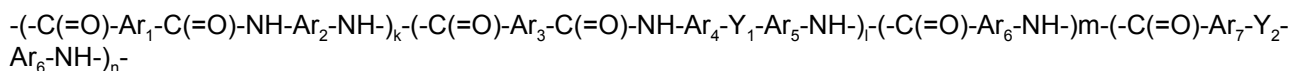
Ausführliche Beschreibung der Zeichnungen

[0014] [Fig. 1](#) ist ein Diagramm einer Vorrichtung zur Messung der Abriebbeständigkeit eines Filmlaminats.

Bezugszeichenliste

1	Abwickeltrommel
2	Spannungsüberwacher
3, 5, 6, 8, 9 und 11	freie Walzen
4	Tensiometer (Einlaß)
7	Fixierstift aus Edelstahl SUS304 (äußerer Durchmesser: 5 mm, Oberflächenrauigkeit Ra: 20 nm)
10	Tensiometer (Auslaß)
12	Führungswalze
13	Aufwickeltrommel

[0015] Aromatische Polyamide, die aromatische Kerne und Amid-gebundene Gruppen als Hauptbestandteile in der Hauptkette enthalten, werden als das aromatische Polyamid der vorliegenden Erfindung verwendet. Von den aromatischen Polyamiden sind die, die Hauptketten-bildende Substituenten an den aromatischen Kernen mit para-Orientierung in einem Anteil von 50 bis 99,5 % aller aromatischer Kerne aufweisen, die die Hauptkette bilden, wenn sie für magnetische Aufzeichnungsmedien, die Festigkeit erfordern, verwendet werden, bevorzugt. Der Anteil der aromatischen Kerne, die para-Orientierung aufweisen, beträgt stärker bevorzugt 60 bis 95 %, besonders bevorzugt 70 bis 90 %. Ist er kleiner als 50 %, ist wahrscheinlich die Festigkeit nicht ausreichend. Ist er größer als 99,5 %, ist das Strecken schwierig. Veranschaulichende Beispiele für Hauptketten-bildende Substituenten umfassen ein Atom oder eine Gruppe aus Atomen, die in der Hauptkette eines Polymers enthalten sind, wie eine Amidgruppe, zum Beispiel $-C(=O)-NH-$, $-O-$, $-CH_2-$, $-C(CH_3)_2-$, $-SO_2-$ und $-S-$, und andere aromatische Kerne, die direkt an den aromatischen Kern gebunden sind. Der Ausdruck „para-Orientierung“, wie hierin verwendet, bedeutet, daß ein aromatischer Kern Substituenten an den 1- und 4-Stellungen aufweist, wenn er eine Phenylengruppe ist, und an den 1- und 4-Stellungen oder den 2- und 6-Stellungen, wenn er eine Naphthylengruppe ist. Von diesen ist das aromatische Polyamid besonders bevorzugt eine Polymerverbindung, dargestellt durch die allgemeine Formel:



worin k, l, m und n jeweils 0 oder eine positive ganze Zahl sind; Ar_1 , Ar_2 , Ar_3 , Ar_4 , Ar_5 , Ar_6 , Ar_7 und Ar_8 jeweils aus einem aromatischen Kern, dargestellt durch die allgemeine Formel: $-C_6H_pR_{4-p}-$, $-C_6H_pR_{4-p}-C_6H_pR_{4-p}-$ oder $-C_{10}H_qR_{6-q}-$ (worin p eine ganze Zahl von 0 bis 4 ist, q eine ganze Zahl von 0 bis 6 ist und R ein Atom oder eine Gruppe aus Atomen ist, ausgewählt aus einer Halogengruppe, einer Nitrogruppe, einer Cyanogruppe, einer Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, einer Alkoxygruppe mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen und einer Trialkylsilylgruppe) ausgewählt sind, und gleich oder unterschiedlich sein können; Y_1 und Y_2 ein Atom oder eine Gruppe aus Atomen sind, ausgewählt aus O, CH_2 , $C(CH_3)_2$, SO_2 , S und CO und gleich oder unterschiedlich sein können. Von diesen ist die Polymerverbindung stärker bevorzugt eine, die Terephthalsäure als eine Säurekomponente und p-Phenyldiamin und 3,4'-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten umfaßt.

[0016] Das aromatische Polyamid in der vorliegenden Erfindung kann eine aliphatische oder alicyclische Polyamid-bildende Verbindung als eine Copolymerkomponente in einer solchen Menge enthalten, daß die physikalischen Eigenschaften des Films nicht beeinträchtigt werden. Ferner kann es ebenso eine Verbindung mit drei oder mehr Amid-bildenden funktionellen Gruppen als eine Copolymerkomponente enthalten. Es kann ebenso ein Schmiermittel, ein Antioxidationsmittel, andere Zusatzstoffe und dergleichen und andere Polymere enthalten.

[0017] Das Filmlaminat der vorliegenden Erfindung umfaßt zumindest zwei biaxial gestreckte Filme, die aus dem obigen aromatischen Polyamid gebildet wurden, von denen einer eine Filmschicht A ist, die die äußerste Schicht auf einer Seite des Laminats ist, während der andere eine Filmschicht B ist, die die äußerste Schicht auf der anderen Seite hiervon ist. Daher werden die Filme, wenn das Filmlaminat der vorliegenden Erfindung zwei Filme umfaßt, Filmschicht A und Filmschicht B genannt. Wenn es drei Filme umfaßt, werden die Filme Filmschicht A, Zwischenfilmschicht und Filmschicht B genannt.

[0018] Das heißt, die Schicht A bildet eine der äußersten Schichten des Laminats der vorliegenden Erfindung und die Schicht B bildet die andere äußerste Schicht hiervon. Das Laminat der vorliegenden Erfindung weist eine bestimmte Oberflächenrauigkeit und andere Oberflächeneigenschaften für die äußerste Schicht (Oberflächenschicht) der Filmschicht A und die äußerste Schicht (Oberflächenschicht) der Filmschicht B auf.

[0019] Es wird zuerst eine Beschreibung der Filmschicht A des Laminats der vorliegenden Erfindung gegeben. Die Filmschicht A weist eine größere Oberflächenrauigkeit auf als die Filmschicht B, was zum Rutschvermögen des Filmlaminats beiträgt. Die Filmschicht A enthält anorganische Teilchen (die hierin nachstehend manchmal „anorganische Teilchen A“ genannt werden), hergestellt aus Hydroxiden oder Carbonaten von zumindest einem Metall, ausgewählt aus den Gruppen Ia und IIa des Periodensystems.

[0020] Veranschaulichende Beispiele für die anorganischen Teilchen A, die in der Filmschicht A enthalten sind, umfassen Lithiumhydroxid, Lithiumcarbonat, Calciumhydroxid, Calciumcarbonat, Magnesiumhydroxid, Magnesiumcarbonat und dergleichen. Von diesen sind Lithiumhydroxid, Calciumhydroxid, Calciumcarbonat und Magnesiumhydroxid bevorzugt, und Calciumhydroxid und Calciumcarbonat sind besonders bevorzugt.

[0021] Die anorganischen Teilchen A sind in dem Polyamid als der Rest eines Neutralisierungsmittels in dem Schritt der Polymerisation eines aromatischen Polyamids enthalten und werden in dem Polymer in dem Polymerisationsschritt vollständig dispergiert. Daher ist es notwendig in Betracht zu ziehen, daß sie sich zu Agglomeraten formen, die durch die Reibung zwischen einer Führungswalze und der Oberfläche des Films im Filmbildungsschritt Abriebstaub erzeugen.

[0022] Der durchschnittliche Teilchendurchmesser (d_A) der anorganischen Teilchen A, die in der Filmschicht A enthalten sind, beträgt 80 bis 1.500 nm, bevorzugt 90 bis 1.200 nm, besonders bevorzugt 100 bis 1.000 nm.

[0023] Ist der durchschnittliche Teilchendurchmesser (d_A) der anorganischen Teilchen A in der Filmschicht A kleiner als 80 nm, ist die Wirkung der Bildung von Vorsprüngen auf der Oberfläche durch die Teilchen so klein, daß nachteiligerweise nicht ausreichend Handhabungseigenschaften wie Rutschvermögen und Aufwickelbarkeit erhalten werden können. Ist der durchschnittliche Teilchendurchmesser (d_A) größer als 1.500 nm, werden Hohlräume, die sich durch das Strecken des Films bilden übergroß und die Abriebbeständigkeit verringert sich nachteilig.

[0024] Die anorganischen Teilchen A haben einen kleineren durchschnittlichen Teilchendurchmesser als die, die als ein Neutralisierungsmittel zugegeben werden. Werden sie als ein Neutralisierungsmittel zugegeben, haben sie einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 300 bis 20.000 nm, bevorzugt 400 bis 15.000 nm. Ist der durchschnittliche Teilchendurchmesser kleiner als 300 nm, ist die Wirkung der Bildung von Vorsprüngen auf der Oberfläche durch die Teilchen so klein, daß nachteiligerweise nicht ausreichend Handhabungseigenschaften wie Rutschvermögen und Aufwickelbarkeit erhalten werden können.

[0025] Ist der durchschnittliche Teilchendurchmesser größer als 20.000 nm, sind die Durchmesser der restlichen Teilchen nach der Neutralisationsreaktion so groß, daß Hohlräume, die sich durch das Strecken des Films gebildet haben, zu groß sind, und die Abriebbeständigkeit nachteilig verringert wird.

[0026] Die Hohlräume werden durch das Hohlraumverhältnis ausgedrückt, das später erklärt wird. Das Hohlraumverhältnis beträgt bevorzugt 2,0 oder weniger, stärker bevorzugt 1,5 oder weniger.

[0027] In der vorliegenden Erfindung können die anorganischen Teilchen A, die in dem Film enthalten sind, wenn sie einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser aufweisen, der in den obigen Bereich fällt, zwei oder mehr Arten von Teilchen mit unterschiedlichen durchschnittlichen Teilchendurchmessern umfassen.

[0028] In der vorliegenden Erfindung ist ein Mittel zur Einstellung des durchschnittlichen Teilchendurchmessers der anorganischen Teilchen, die in der Filmschicht A enthalten sind, auf den obigen Bereich, nicht besonders eingeschränkt. Bevorzugte Beispiele dieses Mittels umfassen eines, in dem der pH des Reaktionssystems und die Menge und die Teilchendurchmesser des zugegebenen Neutralisierungsmittels in dem Zugabeschritt so eingestellt werden, daß der obige durchschnittliche Teilchendurchmesser bereitgestellt wird.

[0029] Ein Mittel zur Einstellung der Teilchendurchmesser der anorganischen Teilchen, die als ein Neutralisierungsmittel zugegeben werden sollen, ist auch nicht besonders eingeschränkt. Bevorzugte Beispiele umfassen eines, umfassend das Dispergieren der Teilchen in einem Lösungsmittel, Mahlen der Teilchen zu einem feinen Pulver durch eine Vorrichtung wie einem Sandschleifer, und Filtern der Dispersion, um grobe Teilchen zu entfernen.

[0030] Die Oberflächenrauigkeit (Ra^A) der Filmschicht A des Laminats der vorliegenden Erfindung beträgt 1 bis 20 nm, bevorzugt 2 bis 10 nm, stärker bevorzugt 3 bis 8 nm. Ist die Oberflächenrauigkeit (Ra^A) der Filmschicht A kleiner als 1 nm, ist das Laminat im Herstellungsschritt oder in seinem nachfolgenden Verarbeitungsschritt

schritt schwer aufzuwickeln. Ist die Oberflächenrauigkeit (Ra^A) auf der anderen Seite größer als 20 nm, kann dies möglicherweise die Filmschicht B nachteilig aufrauen.

[0031] Die Oberflächenrauigkeit (Ra^B) der Filmschicht B, welche die gegenüberliegende Oberfläche der Filmschicht A des Laminats der vorliegenden Erfindung ist, beträgt 0,1 bis 10 nm, bevorzugt 0,1 bis 5 nm, besonders bevorzugt 0,2 bis 4 nm, am stärksten bevorzugt 0,3 bis 3 nm.

[0032] Ist die Oberflächenrauigkeit (Ra^B) der Schicht B kleiner als 0,1 nm, wird das Laminat im Herstellungsschritt für gewöhnlich an einer Durchlaufwalze kleben. Ist sie auf der anderen Seite größer als 10 nm verschlechtern sich die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale. Ist die Oberflächenrauigkeit Ra^B der Schicht B um 1 nm kleiner als die Oberflächenrauigkeit Ra^A der Schicht A, hat das Laminat bessere Handhabungseigenschaften und zeigt hervorragende elektromagnetische Umwandlungsmerkmale, wenn es für magnetische Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte verwendet wird. Es ist vorteilhafter, daß die Oberflächenrauigkeit (Ra^B) der Filmschicht B um 2 bis 5 μm kleiner ist, als die Oberflächenrauigkeit (Ra^A) der Filmschicht A.

[0033] Die Filmschicht B kann im wesentlichen keine Teilchen enthalten, oder sie kann Teilchen in einer solchen Menge enthalten, daß die Oberflächenrauigkeit (Ra^B) der Filmschicht B im obigen Bereich bleibt. Enthält die Filmschicht B Teilchen, beträgt ihr durchschnittlicher Teilchendurchmesser (d_B) 5 bis 600 μm , bevorzugt 60 bis 600 μm , besonders bevorzugt 5 bis 200 μm .

[0034] Veranschaulichende Beispiele für feste Teilchen („Teilchen B“ genannt), die in der Filmschicht B enthalten sein sollen, umfassen feine Teilchen, die aus Hydroxiden oder Carbonaten von zumindest einem Metall, ausgewählt aus den Gruppen Ia und IIa des Periodensystems, hergestellt wurden, wobei Lithiumhydroxid, Lithiumcarbonat, Calciumhydroxid, Calciumcarbonat, Magnesiumhydroxid und Magnesiumcarbonat bevorzugt sind; Lithiumhydroxid, Calciumhydroxid, Calciumcarbonat und Magnesiumhydroxid sind stärker bevorzugt und Calciumhydroxid und Calciumcarbonat sind besonders bevorzugt.

[0035] Die Teilchen B, die aus Hydroxiden oder Carbonaten von Metallen der Gruppen Ia und IIa hergestellt wurden, die einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 50 bis 5.000 nm aufweisen, werden im Schritt der Polymerisation eines aromatischen Polyamids zugegeben und sind als Rest eines Neutralisierungsmittels enthalten, weil das erhaltene Laminat der vorliegenden Erfindung hervorragende Dispergierbarkeit aufweist und nicht viele Vorsprünge ausfallen, wenn es mit einer Durchlaufwalze in Kontakt kommt.

[0036] Beträgt der Teilchendurchmesser der festen Teilchen B, die in der Filmschicht B enthalten sind, 600 nm oder mehr, verschlechtern sich die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale. Ist er auf der anderen Seite kleiner als 5 nm, hat das Laminat einen hohen Reibungskoeffizienten gegen einen Magnetkopf, wenn es tatsächlich als ein Band verwendet wird, und seine elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale verschlechtern sich, wenn es wiederholt verwendet wird.

[0037] Das Laminat der vorliegenden Erfindung kann vorteilhafterweise als ein Grundfilm für magnetische Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte verwendet werden, weil die bestimmte Oberflächenrauigkeit der Filmschicht A und der Filmschicht B auf beiden Seiten in den obigen Bereichen liegt.

[0038] Wünschenswerter ist, daß die Filmschicht A und die Filmschicht B des Laminats der vorliegenden Erfindung eine Oberflächenvorsprungdichte aufweisen, die in den folgenden geeigneten Bereich fällt.

[0039] Das heißt, die anorganischen Teilchen A sind in der Filmschicht A in einer solchen Menge enthalten, daß die Dichte der Vorsprünge auf der Oberfläche der Filmschicht A 1×10 bis $1 \times 10^5/\text{mm}^2$, bevorzugt 5×10 bis $1 \times 10^5/\text{mm}^2$, besonders bevorzugt 1×10^2 bis $5 \times 10^4/\text{mm}^2$ beträgt. Beträgt die Dichte der Vorsprünge weniger als $1 \times 10^1/\text{mm}^2$, wird der Reibungskoeffizient so groß, daß keine gute Durchlaufeigenschaft erhalten werden kann, daß sich die Aufwickeleigenschaft verschlechtert und daß zwischen den Filmen wahrscheinlich eine Blockierung auftreten wird. Beträgt die Dichte der Vorsprünge auf der anderen Seite mehr als $1 \times 10^5/\text{mm}^2$, werden die Vorsprünge auf die magnetische Oberfläche übertragen und bilden Löcher, wenn das Laminat zu einem Band geformt wird, wobei sich die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale verschlechtern.

[0040] Mittlerweile ist es wünschenswert, daß die Dichte der Vorsprünge auf der Oberfläche der Filmschicht B 1×10^2 bis $1 \times 10^8/\text{mm}^2$, bevorzugt 1×10^3 bis $1 \times 10^9/\text{mm}^2$, besonders bevorzugt 5×10^3 bis $5 \times 10^7/\text{mm}^2$, beträgt.

[0041] Es wird eine Beschreibung eines Verfahrens zur Polymerisierung eines aromatischen Polyamids, das

die Filmschichten A und B der vorliegenden Erfindung bildet, und eines Verfahrens zur Bildung der Filmschichten angegeben.

[0042] Das aromatische Polyamid der vorliegenden Erfindung kann durch Grenzflächenpolymerisation oder Lösungspolymerisation unter Verwendung von Säurekomponenten und Aminkomponenten, die an sich als Monomere bekannt sind, die in Rohmaterialien verwendet werden, hergestellt werden. Die Lösungspolymerisation ist bevorzugt.

[0043] Wird die Lösungspolymerisation verwendet, kann ein verwendetes Polymerisationslösungsmittel zumindest ein Lösungsmittel, ausgewählt aus polaren Lösungsmitteln wie Dimethylformamid, Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon, N-Methylcaprolactam, Dimethylsulfoxid, Hexamethylphosphorsäuretriamid, Tetramethylharnstoff und 1,3-Dimethyl-2-imidazolizinon, als (eine) Hauptkomponente(n), enthalten.

[0044] Von diesen polaren Lösungsmitteln wird bevorzugt N-Methylpyrrolidon verwendet.

[0045] Ferner können anorganische Salze wie Calciumchlorid, Lithiumchlorid und dergleichen zu dem Polymerisationslösungsmittel vor, während oder nach der Polymerisation zugegeben werden, um die Löslichkeit des Polymers zu verbessern.

[0046] Bei der Herstellung des aromatischen Polyamids der vorliegenden Erfindung werden Säurekomponenten (verkörpert durch Säurechlorid) und Aminkomponenten in im wesentlichen äquimolaren Mengen umgesetzt. Es ist jedoch möglich, eine von diesen in einer überschüssigen Menge gegenüber der anderen zu verwenden, um zum Beispiel den Polymerisationsgrad zu kontrollieren. Ferner kann eine kleine Menge an monofunktionellen Säurekomponenten oder Aminkomponenten als terminales Blockiermittel verwendet werden.

[0047] Es ist ebenso möglich aliphatische oder aromatische Amine oder quartäre Ammoniumsalze zu dem Polymerisationssystem zuzugeben, um das durch die Reaktion erzeugte Hydrogenchlorid aufzufangen.

[0048] Überdies kann das aromatische Polyamid der vorliegenden Erfindung einen UV-Absorber, Farbstoff, ein Trennmittel und andere Zusatzstoffe in Mengen enthalten, die die Wirkung der vorliegenden Erfindung nicht beeinträchtigen.

[0049] Nachdem die Polymerisationsreaktion beendet ist, wird eine Neutralisationsreaktion durchgeführt, indem die obigen anorganischen Teilchen, die aus Hydroxiden oder Carbonaten von Metallen der Gruppen Ia und IIa hergestellt wurden, mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 300 bis 20.000 nm für die Filmschicht A und die mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 50 bis 5.000 nm für die Filmschicht B, zugegeben werden. Wenn diese Neutralisationsreaktion nicht vollständig vonstatten geht, verbleiben Halogenionen (insbesondere Chloridionen) aus der Filmoberfläche in einer Menge, die eine nachteilige Wirkung verursacht. Daher wird, wenn das Laminat für ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm verwendet wird, der dünne Metallmagnetfilm hiervon insbesondere unter einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Dichte zerstört, so daß seine Leistung nachteiligerweise nicht stabil gehalten werden kann.

[0050] Im allgemeinen verwendete Verfahren zur Herstellung des aromatischen Polyamids werden ausführlich in JP-B 52-39719, JP-B 53-32828 und dergleichen beschrieben.

[0051] Um das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung mit hervorragenden mechanischen Eigenschaften zu erhalten, hat ein Polymer vor der Filmbildung eine logarithmische Viskosität von vorzugsweise 0,5 dl/g oder mehr, stärker bevorzugt 1,0 dl/g oder mehr.

[0052] Die logarithmische Viskosität des Polymers vor der Filmbildung wird erhalten, indem eine Polymerausgangslösung, die das aromatische Polyamid enthält, nach der Polymerisation in ein Lösungsmittel wie Alkohol oder Wasser gegeben wird, das wieder ausgefällte Polymer isoliert und gereinigt wird und das Polymer in konzentrierter Schwefelsäure bei 30 °C gemessen wird.

[0053] Die Polymerausgangslösung (Dope), die das aromatische Polyamid enthält, das wie oben beschrieben polymerisiert worden ist, kann zur Filmbildung verwendet werden, indem die Lösung in ein Lösungsmittel wie Alkohol oder Wasser gegeben wird, das wieder ausgefällte Polymer isoliert wird, und das Polymer wieder in einem Lösungsmittel gelöst wird. Sie kann bei der Filmbildung direkt verwendet werden, oder nachdem ihre Konzentration nach der Polymerisation geeignet eingestellt wurde.

[0054] Zu diesem Zeitpunkt kann die Konzentration der Polymerausgangslösung eingestellt werden, indem sie konzentriert oder mit einem Lösungsmittel verdünnt wird. Das Lösungsmittel kann dasselbe sein, wie die, die für das Polymerisationslösungsmittel aufgelistet sind.

[0055] Die Polymerausgangslösung, deren Konzentration wie oben beschrieben eingestellt worden ist, wird durch ein Lösung-Filmbildungsverfahren zu einem Film geformt. Das Lösung-Filmbildungsverfahren wird durch ein Trocken-Nass-Verfahren, ein Trockenverfahren oder ein Naßverfahren beispielhaft dargestellt. Das Trocken-Nass-Verfahren und das Naßverfahren sind bevorzugt, weil sie die Salze, die durch die obige Neutralisationsreaktion erzeugt wurden, entfernen können.

[0056] Wird ein Film durch das Trockenverfahren gebildet, wird ein Film, der Selbsterhaltungseigenschaften annehmen kann, indem er auf einem Träger wie einer Trommel, einem Band und dergleichen getrocknet wird, von dem Träger abgelöst, weiter getrocknet, um das restliche Lösungsmittel zu entfernen, gestreckt und einer Wärmebehandlung unterzogen. Jede dieser Behandlungen wird bevorzugt bei 100 bis 500 °C für eine Sekunde bis 30 Minuten durchgeführt, besonders bevorzugt bei 100 bis 400 °C für drei Sekunden bis 20 Minuten.

[0057] Ein Film mit guten Oberflächeneigenschaften kann ebenso durch das Trockenverfahren erhalten werden. Da dieses Filmbildungsverfahren jedoch keinen Schritt aufweist, in dem die durch die Neutralisation in dem Polymerisationsschritt erzeugten Salze entfernt werden, verbleibt eine unerwünschte Menge an Halogenionen auf der Oberfläche eines Films. Daher wird, wenn der erhaltene Film für ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm verwendet wird, der dünne Magnetmetallfilm hiervon insbesondere unter einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Feuchtigkeit beschädigt, so daß seine Leistung nachteiligerweise nicht stabil gehalten werden kann

[0058] Wird der Film andererseits durch das Naßverfahren gebildet, wird die Ausgangslösung bevorzugt in ein Bad zur Filmbildung direkt aus einem Becher oder auf einen Träger wie eine Trommel extrudiert, und dann wird der Träger in ein Naßbad eingeführt. Das Bad umfaßt im allgemeinen ein Wasser-basierendes Medium und kann organische Lösungsmittel oder anorganische Salze zusätzlich zu Wasser enthalten. Um jedoch die Extraktionseffizienz so zu verbessern, daß die Salze und die organischen Lösungsmittel extrahiert werden und vollständig entfernt werden, wird die Verwendung des Naßbades bevorzugt in zwei oder mehr Schritte geteilt, wobei das Naßbad im letzten Schritt nur Wasser enthält. Die Salze und die organischen Lösungsmittel, die in dem Film enthalten sind, können extrahiert und entfernt werden, indem der Film durch das Naßbad geführt wird.

[0059] Obgleich abhängig von der Dicke des Films, beträgt der Zeitaufwand, der erforderlich ist, daß der Film durch das gesamte Naßbad geführt wird, bevorzugt 10 Sekunden bis 30 Minuten, so daß die Menge an Halogenionen auf der Oberfläche des Films auf 50 ng/cm² oder weniger und der Gehalt an organischen polaren Lösungsmitteln, die in dem Film enthalten sind, auf 50 ppm oder weniger eingestellt werden kann, indem die Halogenionen und die organischen polaren Lösungsmittel aus der Oberfläche des Films extrahiert werden.

[0060] Der durch das Naßbad geführte Film wird in Längsrichtung gestreckt, getrocknet, in Querrichtung gestreckt und der Wärmebehandlung unterzogen. Jede dieser Behandlungen wird bevorzugt bei 100 bis 500 °C für eine Sekunde bis 30 Minuten, besonders bevorzugt bei 100 bis 400 °C für drei Sekunden bis 20 Minuten, durchgeführt.

[0061] Wird der Film durch das Trocken-Naß-Verfahren gebildet, wird die Ausgangslösung auf einen Träger wie eine Trommel, ein Band und dergleichen, aus einem Becher extrahiert, um einen Film zu bilden, der dann durch Streuung eines Lösungsmittels aus der dünnen Filmschicht, bis der Film Selbsterhaltungseigenschaften annimmt, getrocknet wird. Bevorzugt wird der Film bei Raumtemperatur bis 300 °C innerhalb von 60 Minuten getrocknet. Der getrocknete dünne Film wird von dem Träger abgelöst und dann in ein Naßverfahren eingeführt, die Salze und Lösungsmittel werden auf dieselbe Art und Weise wie in dem zuvor genannten Naßverfahren entfernt, und der resultierende dünne Film wird weiter gestreckt, getrocknet und einer Wärmebehandlung unterzogen, um einen Film zu bilden.

[0062] Das Filmlaminat der vorliegenden Erfindung kann durch ein an sich bekanntes Verfahren hergestellt werden, bei dem zumindest zwei Arten von Film-bildenden Ausgangslösungen, von denen eine für die Filmschicht A ist, während die andere für die Filmschicht B ist, in einem zusammenlaufenden Rohr oder einem Becher laminiert werden, wie in JP-A 56-162617 beschrieben. Eine andere Schicht kann zwischen den beiden Schichten in einem Becher gebildet werden, der drei (oder mehr) Schichten erfordert.

[0063] Bevorzugt wird die Ausgangslösung so zugeführt, daß die Filmschicht A dem Träger zugewandt ist, weil die Oberfläche der gegenüberliegenden Seite (Filmschicht B) flach gehalten werden kann. Es ist ebenso möglich, das Filmlaminat zu bilden, indem ein Film mit Selbsthalteeigenschaften mit einer der obigen Film-bildenden Ausgangslösungen gebildet wird, und die andere Film-bildende Ausgangslösung auf dem Film abzuschneiden, um die Lösungsmittel zu entfernen. Insbesondere wenn die Laminierung in einem zusammenlaufenden Rohr oder einem Becher durchgeführt wird, werden die Viskositäten der Ausgangslösungen bevorzugt auf 100 bis 10.000 Poise eingestellt. Wenn sie kleiner als 100 Poise ist, werden zwei oder mehr Ausgangslösungen leicht miteinander vermischt, bevor sie aus einem Becher extrahiert werden, und im Falle eines dünnen Films rauht selbst eine kleine Menge des Gemisches die gegenüberliegende Seite der anorganischen Teilchen-enthaltenden Schicht auf. Ist sie auf der anderen Seite größer als 10.000 Poise, werden zwei oder mehr Ausgangslösungen nicht so leicht miteinander vermischt; es tritt jedoch ein Schmelzbruch auf, wobei die Oberfläche des Films nachteiligerweise leicht aufgeraut wird.

[0064] Die Viskositäten der zwei oder mehr Ausgangslösungen sind bevorzugt dieselben, können sich jedoch leicht voneinander unterscheiden. Die höchste Viskosität der Lösungen kann 200 % der niedrigsten Viskosität der Lösungen betragen.

[0065] Wenn das Trockenverfahren oder das Trocken-Naß-Verfahren eingesetzt wird, können zwei oder mehr Ausgangslösungen in dem Trocknungsschritt miteinander vermischt werden. Die Viskosität der Ausgangslösung, die auf dem Träger abgeschieden worden ist, sinkt, wenn die Lösung erwärmt wird, und sie steigt wieder, wenn das Lösungsmittel verdampft wird. Sinkt die Viskosität auf einen Wert von weniger als 10 Poise, können zwei oder mehr Ausgangslösungen leicht miteinander vermischt werden. Es ist daher notwendig die Trocknungsbedingungen geeignet einzustellen, so daß die Viskosität nicht auf einen Wert von weniger als 10 Poise sinkt. Es ist zum Beispiel bevorzugt die Trocknungstemperatur in zumindest zwei Schritten zu erhöhen.

[0066] Die Schichten, die sich von der Filmschicht A unterscheiden, werden bevorzugt aus einem aromatischen Polyamid mit derselben Polymerzusammensetzung wie der der Filmschicht A gebildet.

[0067] Der erhaltene aromatische Polyamidfilm wird zu einem biaxial gestreckten Film geformt, der bevorzugt bei einem Flächenstreckverhältnis von 5,0 oder höher, stärker bevorzugt 6,0 bis 10,0, gestreckt worden ist.

[0068] Der biaxial gestreckte Film der vorliegenden Erfindung kann durch zunächst Laminierung der Schichten und dann Strecken des resultierenden Laminats oder durch zunächst Strecken jeder der Schichten und dann deren Laminierung gebildet werden. Das erstere ist im Hinblick auf die Herstellung vorteilhaft.

[0069] Wenn das Flächenstreckverhältnis kleiner als 5 ist, ist das erhaltene Filmlaminat nicht sehr fest. Ferner sind seine Handhabungseigenschaften wie Rutschvermögen und Aufwickeleigenschaft nicht zufriedenstellend, weil die Wirkung der Bildung von Vorsprüngen auf der Oberfläche durch die Teilchen, die später beschrieben wird, klein ist.

[0070] Die Dicke des Filmlaminats, das in dem obigen Schritt erhalten wurde, ist nicht besonders eingeschränkt, beträgt jedoch bevorzugt 0,1 bis 20 µm, stärker bevorzugt 0,5 bis 10 µm. Das Verhältnis der Dicken der Schicht A und der Schicht B ist nicht besonders eingeschränkt, beträgt vorzugsweise jedoch 1 : 9 bis 5 : 5, stärker bevorzugt 2 : 8 bis 4 : 6.

[0071] Liegt die Dicke des Filmlaminats innerhalb des obigen Bereiches, weist das Filmlaminat der vorliegenden Erfindung hervorragende Handhabungseigenschaften wie Festigkeit, Rutschvermögen und Aufwickeleigenschaft auf, zeigt eine hohe Abriebbeständigkeit und kann geeignet für magnetische Aufzeichnungsmedien verwendet werden.

[0072] Es ist ebenso möglich, eine dünne Beschichtungsschicht zu bilden, deren Dicke klein genug ist, damit sie die Wirkung der vorliegenden Erfindung auf der Oberfläche des Filmlaminats aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung nicht beeinträchtigt, um dessen Haftseigenschaften und das Rutschvermögen zu verbessern und statische Aufladung zu verhindern.

[0073] Während das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung wie oben beschrieben hergestellt werden kann, kann das Laminat ferner mit einer Wasser-basierenden Beschichtungslösung aus einem in Wasser-dispergierbaren oder wasserlöslichen Polymer beschichtet, wie erforderlich gestreckt und getrocknet werden, um seine Haftung an eine Magnetschicht zu verbessern, als eine Vorbehandlung bevor die Magnetschicht gebildet wird. Die Wasser-basierende Beschichtungslösung kann Antistatizmittel, super-

feine Teilchen und dergleichen zusätzlich zu dem obigen Polymer gemäß dem Zweck enthalten.

[0074] Das Laminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung, das wie oben beschrieben erhältlich ist, hat solche physikalischen Eigenschaften, chemischen Eigenschaften und Oberflächeneigenschaften, wie sie nachstehend beschrieben werden und weist charakteristische Eigenschaften auf, die zur Verwendung als ein Grundfilm für magnetische Aufzeichnungsmedien mit hoher Dichte extrem geeignet sind.

[0075] Das Laminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung weist einen hohen Youngschen Modul auf. Insgesamt betragen alle Youngschen Moduli in die Längs- und Querrichtungen 2.000 bis 4.500 kg/mm², bevorzugt 2.200 bis 4.000 kg/mm². Der Youngsche Modul in Längsrichtung und der in Querrichtung betragen jeweils 500 bis 3.500 kg/mm², bevorzugt 600 bis 3.000 kg/mm².

[0076] Betragen die Youngschen Moduli in die Längs- und Querrichtungen insgesamt weniger als 2.000 kg/mm², hat das Laminat einen ungeeigneten Kontakt mit einem Aufnahmekopf, so daß sich die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale verschlechtern. Ferner ist der Grundfilm nur wenige Mikrometer dünn, so daß nachteiligerweise nicht ausreichend Festigkeit erhalten werden kann.

[0077] Das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid weist eine Biegefestigkeit in Längsrichtung von 3,0 bis 9,5 mg·mm, bevorzugt 5,0 bis 9,5 mg·mm, auf. Ist die Biegefestigkeit in Längsrichtung kleiner als 3,0 mg·mm oder größer als 9,5 mg·mm, hat das Laminat einen ungeeigneten Kontakt mit einem Aufnahmekopf, so daß sich die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale verschlechtern.

[0078] Ferner weist das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung eine Reißfestigkeit in Längsrichtung von 38 bis 100 kg/mm², bevorzugt 42 bis 90 kg/mm² oder mehr, auf. Ist die Reißfestigkeit kleiner als 38 kg/mm², kann das Laminat insbesondere dann Probleme machen, wenn es für ein Magnetband verwendet wird, das wiederholt zum Laufen gebracht und gestoppt wird.

[0079] Das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung weist einen Wärmeschrumpfungsfaktor in willkürlicher Richtung bei 150 °C von weniger als 1 % auf. Beträgt der Wärmeschrumpfungsfaktor mehr als 1 %, kann die Zuverlässigkeit für die Leistung des Aufzeichnungsmediums in Abhängigkeit der Umstände, unter denen es verwendet wird, verloren gehen.

[0080] Das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung weist einen Lüftungsindex von 1 mmHg/h oder mehr auf. Ist der Lüftungsindex kleiner als 1 mmHg/h und der Film wird in seinem Herstellungsverfahren gewalzt, werden wahrscheinlich fehlerhafte Vorsprünge auf der Oberfläche des gewalzten Films erzeugt, wobei die Aufwickelausbeute des Films verringert wird. Der Lüftungsindex beträgt bevorzugt 3 mmHg/h oder mehr, stärker bevorzugt 4 mmHg/h oder mehr.

[0081] Das Filmlaminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung weist einen Reibungskoeffizienten von 0,6 oder weniger, bevorzugt 0,4 oder weniger, auf.

[0082] In dem Laminat aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung sind die Mengen an Halogenionen (insbesondere Chlorionen) und der organischen polaren Lösungsmittel, die in der Schicht B hiervon enthalten sind, extrem klein. Daher kann die Leistung der magnetischen Aufzeichnungsmedium-Schicht, die auf der Oberfläche der Filmschicht B gebildet wurde, für eine lange Zeit stabil gehalten werden. Das heißt, die Menge an Halogenionen, die in der Filmschicht B enthalten sind, beträgt 50 ng/cm² oder weniger, bevorzugt 40 ng/cm² oder weniger. Beträgt die Menge an Halogenionen mehr als 50 ng/cm², kann die Stabilität der Leistung der magnetischen Aufzeichnungsmedium-Schicht möglicherweise beeinträchtigt werden. Was die Menge der organischen polaren Lösungsmittel angeht, die in der Filmschicht B enthalten sind, beträgt diese bevorzugt 50 ppm oder weniger, bevorzugt 40 ppm oder weniger. Ist die Menge an organischen polaren Lösungsmitteln zu groß, kann die Langzeitstabilität der Leistung der magnetischen Aufzeichnungsmedium-Schicht beeinträchtigt werden.

[0083] Daher wird gemäß der vorliegenden Erfindung ein magnetisches Aufzeichnungsmedium bereitgestellt, das durch die Bildung einer magnetischen Aufzeichnungsmedium-Schicht auf der Oberfläche der Filmschicht B aus dem obigen Filmlaminat aus aromatischem Polyamid gebildet wurde. Das magnetische Aufzeichnungsmedium kann entweder ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm mit hoher Dichte oder ein beschichtetes Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte sein.

[0084] Im Falle des magnetischen Aufzeichnungsmediums aus einem dünnen Metallfilm mit hoher Dichte

wird eine dünne ferromagnetische Metallfilmschicht, die aus Eisen, Kobalt, Chrom oder einer Legierung hiervon oder einem Oxid hiervon gemacht ist, auf der Oberfläche der Filmschicht B aus dem Filmlaminat aus aromatischem Polyamid durch Vakuumverdampfung, Sputtern, Ionenplattieren oder dergleichen, gebildet, und eine Schutzschicht aus Hartkarbon (DLC) oder dergleichen und eine Fluor-enthaltende Carbonsäure-basierende Schmiermittelschicht werden wiederum auf der Oberfläche der dünnen ferromagnetischen Metallfilmschicht gebildet, gemäß dem Zweck und der Anwendung und wie erforderlich. Auf der Oberfläche, die der dünnen Metallfilmschicht gegenüber liegt, wird eine bekannte Rückenschicht gebildet. Hierbei kann ein magnetisches Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm mit hoher Dichte erhalten werden, das hervorragende elektromagnetische Umwandlungsmerkmale aufweist, wie Output in einem Bereich kurzer Wellenlängen, S/N und C/N, wenig Ausfälle und eine kleine Fehlerrate.

[0085] Dieses magnetische Aufzeichnungsmedium aus einem dünnen Metallfilm mit hoher Dichte ist insbesondere als ein Bandmedium für Hi8 für analoge Signalaufzeichnung und für digitale Videokassettenrekorder (DVC), Data 8 mm und DDSIV für digitale Signalaufzeichnung verwendbar.

[0086] Das beschichtete magnetische Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte wird durch die Auftragung einer magnetischen Beschichtung auf die Oberfläche der Filmsicht B des Filmlaminats aus aromatischem Polyamid der vorliegenden Erfindung hergestellt.

[0087] Die magnetische Beschichtung umfaßt eine Metall-basierende magnetische Beschichtung und eine metalloxid-basierende magnetische Beschichtung.

[0088] Die Metall-basierende magnetische Beschichtung wird durch Mischen magnetischer Metalle oder magnetischer Materialien, die magnetische Metalle als Hauptkomponenten enthalten, in ein Bindemittel erhalten. Beispielsweise kann die Metall-basierende magnetische Beschichtung durch das gleichmäßige Dispergieren von Eisen oder nadelförmigem feinen magnetischem Eisenpulver, das Eisen als eine Hauptkomponente enthält, in Polyvinylchlorid oder Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymer hergestellt werden.

[0089] Die Metalloxid-basierende magnetische Beschichtung wird durch Mischen magnetischer Metalloxide oder magnetischer Materialien, die magnetische Metalloxide als Hauptkomponente enthalten, in ein Bindemittel erhalten. Beispielsweise kann die Metall-basierende magnetische Beschichtung durch gleichmäßiges Dispergieren von nadelförmigem feinen Magnetpulver, das aus Eisenoxid oder Chromoxid besteht, oder blätterartigem feinen Magnetpulver wie Bariumferrit in ein Bindemittel wie Polyvinylchlorid oder Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymer hergestellt werden.

[0090] Die magnetische Beschichtung wird bevorzugt auf die vorliegende Erfindung aufgetragen, um eine Magnetschicht mit einer Gesamtdicke von 1 µm oder weniger, bevorzugt 0,1 bis 1 µm, zu bilden.

[0091] Ferner kann durch die Bildung einer Rückenschicht auf der Oberfläche, die der Magnetschicht gegenüberliegt, durch ein bekanntes Verfahren, ein beschichtetes magnetisches Aufzeichnungsmedium für hochdichte Aufzeichnung erhalten werden, das hervorragende elektromagnetische Umwandlungsmerkmale aufweist wie Output im Kurzwellenbereich, S/N und C/N, wenig Ausfälle und eine kleine Fehlerrate.

[0092] Überdies kann gegebenenfalls eine nicht-magnetische Schicht, die ein feines Teilchen wie Titaniumoxidteilchen enthält, auf der Schicht gebildet werden, auf der die Magnetschicht als eine Schicht gebildet werden soll, die unter der Magnetschicht liegt, indem sie in dem gleichen organischen Bindemittel wie dem der Magnetschicht dispergiert und aufgetragen wird.

[0093] Dieses beschichtete magnetische Aufzeichnungsmedium mit hoher Dichte ist insbesondere für die Verwendung als ein Bandmedium für 8-mm-Video, Hi8, beta-Cam SP und W-VHS für analoge Signalaufzeichnung und für digitale Videokassettenrekorder (DVC), Data 8 mm, DDSIV, digitale beta-Cam, D2, D3, SX und QIC für Daten-Streamer für digitale Signalaufzeichnung verwendbar.

Beispiele

[0094] Die vorliegende Erfindung wird anhand der nachstehenden Beispiele ausführlich beschrieben, soll jedoch nicht darauf beschränkt werden. Verschiedene physikalische Eigenschaften und charakteristische Eigenschaften in der vorliegenden Erfindung werden gemessen und auf die folgende Art und Weise definiert.

(1) pH der Polymerlösung

[0095] Fünf Gramm einer Polymerlösung werden als Probe genommen und zu 300 ml Wasser gegeben. Nachdem die resultierende wäßrige Lösung 2 Minuten gerührt wurde, wurde der pH der wäßrigen Lösung gemessen.

(2) durchschnittlicher Teilchendurchmesser der Teilchen

(a) durchschnittlicher Teilchendurchmesser der Teilchen vor der Zugabe zu der Polymerlösung

[0096] Dies wird unter Verwendung des zentrifugalen Teilchengrößenanalysierers CP-50 von Shimadzu Corporation gemessen. Eine kumulative Kurve der Teilchen von jedem Durchmesser und die Menge hiervon werden basierend auf der erhaltenen zentrifugalen Sedimentationskurve berechnet, und ein Teilchendurchmesser, der zu 50 Gew.-% äquivalent ist, wird aus der kumulativen Kurve abgelesen und als der durchschnittliche Teilchendurchmesser genommen (gemäß „Book of Particle Size Measurement Technology“, herausgegeben von Nikkan Kogyo Press, Seiten 242 bis 247, 1975).

(b) durchschnittlicher Teilchendurchmesser der Teilchen im Film

[0097] Eine Film-bildende Ausgangslösung wird nach der Zugabe von Neutralisierungsmittelteilchen hinsichtlich des durchschnittlichen Teilchendurchmessers der Teilchen auf dieselbe Art und Weise wie in (a) gemessen.

[0098] Außerdem wird zum Zwecke der Verifikation ein kleines Probestück des Films in ein Epoxidharz gewickelt (Epomount, ein Produkt von Refinotech Co., Ltd.), das dann mit dem Probestück darin eingewickelt, unter Verwendung Microtome 2050 von Reichert-Jung Co., Ltd auf eine Dicke von 60 nm geschnitten wird. Der geschnittene Film wird unter einem Transmissionselektronenmikroskop (Modell H-800 von Hitachi, Ltd.) beobachtet, um 25 Querschnitte der Teilchen auszuwählen, die in einer Schicht existieren, die bewertet werden soll, und die Teilchendurchmesser der ausgewählten Teilchen werden gemessen und gemittelt. Das Ergebnis der Messung war dasselbe wie das, das in (a) erhalten wurde.

(3) logarithmische Viskosität

[0099] Eine Polymerausgangslösung, die nach der Polymerisation ein aromatisches Polyamid enthält, wird zu einem Lösungsmittel wie einem Alkohol oder Wasser gegeben, und die logarithmische Viskosität eines Polymer, das wieder ausgefällt und getrennt wurde, wird bei 30 °C in konzentrierter Schwefelsäure gemessen.

(4) Flächenstreckverhältnis

[0100] Dies wird durch das Multiplizieren eines Streckverhältnisses in Längsrichtung mit einem Streckverhältnis in Querrichtung des Films erhalten.

(5) Oberflächenrauigkeit des Films (arithmetischer Mittelrauhwert: Ra)

[0101] Der arithmetische Mittelrauhwert (Ra) wird gemäß JIS B0601 definiert und unter Verwendung des Oberflächenrauigkeitsmeters vom Tracer-Typ (SURFCORDER SE-30C) von Kosaka Laboratory Co., Ltd. in der vorliegenden Erfindung gemessen. Die Meßbedingungen waren wie folgt:

(a) Radius der Tracerspitze: 2 µm

(b) Meßdruck: 30 mg

(c) Schnitt (cut-off): 0,08 mm

(d) Meßlänge: 8,0 mm

(e) Datenablage: die Messung der Oberflächenrauigkeit der gleichen Probe wird sechsmal wiederholt und der Durchschnitt der Meßwerte ausschließlich des größten Wertes wird als der arithmetische Mittelrauhwert (Ra) genommen.

(6) Dichte der Vorsprünge

[0102] 25 Bilder der Oberfläche des Films wurden bei einer Vergrößerung von 5.000fach und einem Winkel von 0° unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops (T-300 von JEOL Ltd.) willkürlich aufgenommen und die Anzahl der Vorsprünge auf der Oberfläche des Films in jeder Photographie wird gezählt. Die Anzahl

der Vorsprünge pro mm² wird durch Mittelung der Anzahlen der Vorsprünge der Photographien berechnet.

(7) Porenanteil

[0103] Der Film wird auf eine Tiefe von 500 nm unter Verwendung eines Plasmareaktors (PR31 von Yamato Kagaku Co., Ltd.) von der Oberfläche geätzt. 25 Photographien der Oberfläche der geätzten Probe werden willkürlich bei einer Vergrößerung von 5.000fach und einem Winkel von 0° unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops (T-300 von JEOL Ltd.) aufgenommen, um den langen Durchmesser der Teilchen, die auf der Oberfläche erscheinen, und den langen Durchmesser einer Pore um das Teilchen herum, zu messen. Der Porenanteil wird durch die folgende Gleichung erhalten:

Porenanteil = (langer Durchmesser der Pore)/(langer Durchmesser des Teilchens)

(8) Reibungskoeffizient

[0104] Ein statischer Reibungskoeffizient (μ_s) unter einer Last von 1 kg wird gemäß ASTM D1894-63 unter Verwendung eines Schlüpfrigkeits-Meßgerätes (herstellt von Toyo Testor Co., Ltd.) und einer Glasplatte als eine Schlittenplatte gemessen. Der erhaltene Wert wird basierend auf den folgenden Kriterien bewertet.

μ_s	Kriterien
weniger als 0,6	⊙
0,6 bis 0,8	○
mehr als 0,8	X

(9) Durchlauf-Reibungskoeffizient

[0105] Dieser wird auf die folgende Art und Weise unter Verwendung der in [Fig. 1](#) gezeigten Vorrichtung gemessen.

[0106] Ein Film, der auf eine Breite von 8 mm geschnitten wurde, wird mit dem fixierten Stift 7 bei einem Winkel von 90° (= $\pi/2$ Radiant) in Kontakt gebracht und bei einer Geschwindigkeit von 3 m/min bei einer Temperatur von 20 °C und einer Feuchtigkeit von 60 % r. F. bewegt (Reibung). Eine Spannung T_1 beim Einlaß wird mit dem Spannungsüberwacher 2 auf 50 g und die Spannung T_2 beim Auslaß, nachdem der Film 200 m gelaufen ist, wird mit dem Tensiometer 10 am Auslaß aufgezeichnet. Der Durchlauf-Reibungskoeffizient wird aus der folgenden Gleichung berechnet und auf der Basis der folgenden Kriterien bewertet.

Durchlauf-Reibungskoeffizient = $(2/\pi) \cdot \ln(T_2/T_1)$

Durchlauf-Reibungskoeffizient	Bewertungskriterien
weniger als 0,4	⊙
0,4 oder mehr und weniger als 0,6	○
0,6 oder mehr	X

(10) Abriebbeständigkeit (gegen Stift)

[0107] Diese wird unter Verwendung der in [Fig. 1](#) gezeigten Vorrichtung gemessen.

[0108] Bei einer Temperatur von 20 °C und einer relativen Feuchte von 60 %, wird der Film, der auf eine Breite von 1/2 Inch geschnitten wurde, mit dem fixierten Stift 7 bei einem Winkel von $\theta = (90/180) \pi$ -Radiant (90°) in Kontakt gebracht und lief 5 m bei einer Geschwindigkeit von 2 m/min (die Einlaßspannung wird bei 40 g fixiert), und die Abriebbeständigkeit wird auf der Basis der folgenden Kriterien bewertet.

kein Abriebstaub haftet an dem Stift	⊙
eine kleine Menge von Abriebstaub haftet an dem Stift	○
eine große Menge von Abriebstaub haftet an dem Stift	X

(11) Abriebbeständigkeit (Kalandrieren)

[0109] Diese wird unter Verwendung eines drei-Walzen-mini-Superkalenders (Nylonwalze × Stahlwalze) bewertet. Der Film läuft 7.000 m bei einer Geschwindigkeit von 100 m/min, einer Verfahrenstemperatur von 90

°C und einem linearen Druck von 300 kg/cm. Sie wird aus Flecken, die an der Nylonwalze des Kalenders haften, basierend auf den folgenden Kriterien bewertet.

die Nylonwalze ist nicht beschmutzt	◎
die Nylonwalze ist leicht beschmutzt	○
die Nylonwalze ist mehrfach beschmutzt	X

(12) Aufwickeleigenschaft

[0110] Nachdem die Aufwickelbedingungen zum Zeitpunkt des Längsschneidens optimiert wurden, wird der Film geschnitten, um 10 Rollen zu erhalten, die jeweils eine Breite von 560 mm und eine Länge von 9.000 m haben, und die Rollen werden dann eine Woche stehengelassen. Danach wird das Auftreten von Falten auf der Filmoberfläche bei jeder der Rollen überprüft und die Anzahl der Rollen, die verkauft werden kann, wird bestimmt. Die Aufwickeleigenschaft der Rollen wird basierend auf den folgenden Kriterien bewertet.

Anzahl der verkäuflichen Rollen	Kriterien
9 oder mehr	◎
7 bis 8	○
4 bis 6	X
3 oder weniger	XX

(13) Lüftungsindex

[0111] 20 Filme, von denen jeder eine Größe von 8 cm × 8 cm hat, werden einer über den anderen gestapelt und ein dreieckiges Loch, dessen Seitenlängen jeweils 2 mm betragen, wird in jedem der Filme erzeugt, außer bei dem obersten Film. Die Messung wird unter Verwendung eines Digital Bekk Flachheitstesters von Toyo Seiki Co., Ltd. gemessen, nachdem der Druck auf 560 mmHg eingestellt wurde, und eine Veränderung des Druckes nach einer Stunde wird abgelesen. Diese Messung wird fünfmal wiederholt und der Mittelwert der Meßwerte wird als der Lüftungsindex (mmHg/h) genommen.

(14) mechanische Eigenschaften

(a) Youngsche Moduli

[0112] Es wird eine Probe durch Schneiden eines Films auf eine Breite von 10 mm und eine Länge von 150 mm hergestellt, und diese Probe durch einen Spannungstester (TENSILON von Toyo Baldwin Co., Ltd.) bei einem Spannfüterintervall von 100 mm und einer Zuggeschwindigkeit von 10 mm/min in einem Raum, der auf eine Temperatur von 20 °C und eine relative Feuchte von 50 % eingestellt wurde, gezogen. Der Youngsche Modul wird aus dem Tangens des steigenden Teils der erhaltenen Spannungs-Dehnungs-Kurve berechnet.

(b) Biegefestigkeit

[0113] Diese wird basierend auf der folgenden Gleichung aus der Neigung des Tangens des steigenden Teils der erhaltenen Spannungs-Dehnungs-Kurve durch ziehen des Films bei einem Spannfüterintervall von 100 mm und einer Zuggeschwindigkeit von 5 mm/min unter Verwendung des gleichen Apparates und der Meßbedingungen wie bei der obigen Messung des Youngschen Moduls, berechnet.

$$\text{Biegefestigkeit (mg}\cdot\text{mm)} = [(10^6 \text{ (mg/kg)} \times (\text{Neigung des Tangens (kg/mm}^2)) \times (\text{Filmdicke (mm)})^3]/12$$

(c) Reißfestigkeit

[0114] Eine Belastung zum Zeitpunkt, wenn der Film durch das Ziehen bei einem Spannfüterintervall von 100 mm und einer Zuggeschwindigkeit von 100 mm/min unter Verwendung des gleichen Apparates und der Meßbedingungen wie bei der obigen Messung des Youngschen Moduls, gebrochen ist, wird als die Reißfestigkeit genommen. Die Querschnittsfläche des Probenfilms bevor er gezogen wird, wird als ein Anfangswert genommen.

(15) thermische Schrumpfung

[0115] Zehn 350 mm × 350 mm Proben des Films werden hergestellt, um sicher zu stellen, daß der Abstand (L_0 (mm)) zwischen zwei Punkten 300 mm beträgt. Die markierten Probenfilme werden ohne Spannung in eine

Kammer mit zirkulierender heißer Luft und konstanter Temperatur, die bei 150 °C gehalten wird, gehalten, diese Filme werden aus der Kammer herausgenommen, nachdem sie 30 Minuten in der Kammer waren, und der Abstand (L (mm)) zwischen zwei Punkten des Films wird gemessen. Die thermischen Schrumpfungen (Einheit: %), die aus der folgenden Gleichung erhalten werden, werden gemittelt.

$$\text{thermische Schrumpfung} = 100 \times [(L_0 - L)/L_0]$$

(16) Filmdicke

[0116] Die Gesamtdicke des Films wird erhalten, indem die Dicken bei 10 Punkten gemittelt werden, die willkürlich durch ein Mikrometer gemessen werden. Ein ultra-dünnes Stück des Films wird unter einem Transmissionselektronenmikroskop beobachtet, um die Dicke der Schicht aus dem Querschnitt der Schicht zu erhalten, wie bei der Messung der Teilchendurchmesser der Teilchen in dem Film.

(17) elektromagnetische Umwandlungsmerkmale (A)

[0117] Eine magnetische Beschichtung, die wie folgt hergestellt wird, wird auf die flache Oberfläche des Films bis zu einer Dicke von 1,2 µm aufgetragen, ausgerichtet in einem Gleichstrommagnetfeld von 2.500 Gauss, durch Erwärmen auf 120 °C getrocknet und der Super-Kalandrierung unterzogen (linearer Druck: 300 kg/cm, Temperatur: 90 °C), und der resultierende Film wird zu einer Rolle aufgewickelt. Diese Rolle wird in einem Ofen bei 55 °C drei Tage stehengelassen.

< Herstellung einer magnetischen Beschichtung >

[0118] Nachdem die unten gezeigte Zusammensetzung in eine Kugelmühle geladen, 16 Stunden geknetet und dispergiert worden ist, werden 5 Gew.-teile einer Isocyanatverbindung (Desmodule L von der Bayer AG) in die Kugelmühle gegeben und durch Hochgeschwindigkeitsscherung für eine Stunde dispergiert, um eine magnetische Beschichtung herzustellen.

* Zusammensetzung der Beschichtung:

nadelförmige Fe-Teilchen	100 Gew.-teile
Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymer (Slec 7A of Sekisui Chemical Co., Ltd.)	15 Gew.-teile
thermoplastisches Polyurethanharz	5 Gew.-teile
Chromoxid	5 Gew.-teile
Ruß	5 Gew.-teile
Lecithin	2 Gew.-teile
Fettsäureester	1 Gew.-teil
Toluol	30 Gew.-teile
Methylethylketon	50 Gew.-teile
Cyclohexanon	70 Gew.-teile

[0119] Ferner wird eine Beschichtungslösung mit der folgenden Zusammensetzung auf die Filmoberfläche, die der magnetischen Aufzeichnungsschicht des Films gegenüberliegt, bis zu einer Dicke von 0,5 µm als eine Rückenschicht aufgetragen, getrocknet und geschnitten, um ein Magnetband zu erhalten.

* Zusammensetzung der Rückenschicht:

Ruß	100 Gew.-teile
thermoplastisches Polyurethanharz	60 Gew.-teile
Isocyanatverbindung (Colonate L von Nippon Polyurethane Kogyo Co., Ltd.)	18 Gew.-teile
Silikonöl	0,5 Gew.-teile
Methylethylketon	250 Gew.-teile
Toluol	50 Gew.-teile

[0120] Die charakteristischen Eigenschaften des Bandes werden unter Verwendung der folgenden kommerziell erhältlichen Vorrichtungen gemessen.

* verwendete Vorrichtungen:

8-mm-Videobandrekorder: EDV-6000 von Sony Corp.
C/N-Messung: Geräuschmesser von Shibasoku Co., Ltd.

(a) C/N-Messung

[0121] Ein Signal mit einer Aufzeichnungswellenlänge von 0,5 μm (eine Frequenz von etwa 7,4 MHz) wird aufgezeichnet, das Verhältnis der Werte seines Reproduktionssignals bei 6,4 MHz und 7,4 MHz wird als C/N des Bandes genommen, und C/N wird basierend auf den folgenden Kriterien bewertet, wobei der erhaltene Wert im folgenden Vergleichsbeispiel 9 eine Referenz ist.

nicht kleiner als (Referenz + 3 dB)	⊙
kleiner als (Referenz + 3 dB) bis (Referenz + 1 dB)	○
kleiner als (Referenz + 1 dB)	X

(b) Ausfälle

[0122] Die Anzahl der Ausfälle pro Minute bei 20 $\mu\text{s}/20$ dB wurde unter Verwendung eines Ausfallzählers gemessen.

0 bis 19 Ausfälle pro Minute	○
20 oder mehr Ausfälle pro Minute	X

(c) Laufdauer

[0123] Das C/N des Bandes wurde nach der Aufzeichnung gemessen und die Reproduktion des Bandes bei einer Bandlaufgeschwindigkeit von 85 cm/min, einer Temperatur von 25 °C und einer Feuchte von 55 % r. F. wurde 1.000 Mal wiederholt. Die Laufdauer des Bandes wurde hinsichtlich der folgenden Kriterien, basierend auf der Menge der Abweichung vom Ausgangswert, bewertet.

Abweichung vom Ausgangswert	Bewertung
-1,0 dB oder höher	○
weniger als -1,0 dB	X

(18) elektromagnetische Umwandlungsmerkmale (B)

[0124] Ein ferromagnetischer dünner Film, der aus 100 % Kobalt gemacht ist, wird auf der Oberfläche der Filmschicht B durch Vakuumverdampfung gebildet, um zwei Schichten mit einer Gesamtdicke von 0,02 μm zu bilden (jede hat eine Dicke von etwa 0,01 μm). Dann werden ein Hartkarbon-(DLC)-Film und eine Fluor-enthaltende Carbonsäure-basierende Schmiermittelschicht wiederum auf der Oberfläche der obigen Schichten gebildet, und eine Rückenschicht wird auf der Oberfläche, die der Magnetschicht gegenüberliegt durch ein bekanntes Verfahren gebildet. Danach wird der erhaltene Film auf eine Breite von 8 mm geschnitten und in eine kommerzielle 8-mm-Videokassette eingelegt. Die charakteristischen Eigenschaften des Bandes wurden unter Verwendung der folgenden kommerziell erhältlichen Vorrichtungen gemessen.

* verwendete Vorrichtungen:

8-mm-Videobandrekorder: EDV-6000 von Sony Corp.
C/N-Messung: Geräuschmesser von Shibasoku Co., Ltd.

(a) C/N-Messung

[0125] Ein Signal mit einer Aufzeichnungswellenlänge von 0,5 μm (eine Frequenz von etwa 7,4 MHz) wird aufgezeichnet, das Verhältnis der Werte seines Reproduktionssignals bei 6,4 MHz und 7,4 MHz wird als C/N des Bandes genommen, das C/N des abgeschiedenen Bandes für ein kommerziell erhältliches 8-mm-Video wird als 0 dB betrachtet, und das C/N wird mit einem relativen Wert basierend auf den folgenden Kriterien bewertet.

relativer Wert	C/N
nicht kleiner als (Referenz + 3 dB)	⊙
kleiner als (Referenz + 3 dB) bis (Referenz + 1 dB)	O
kleiner als (Referenz + 1 dB)	X

(b) Laufdauer

[0126] Das C/N des Bandes wurde nach der Aufzeichnung gemessen und die Reproduktion des Bandes bei einer Bandlaufgeschwindigkeit von 85 cm/min, einer Temperatur von 55 °C und einer Feuchte von 75 % r. F. wurde 400 Mal wiederholt. Die Laufdauer des Bandes wurde hinsichtlich der folgenden Kriterien, basierend auf der Menge der Abweichung vom Ausgangswert bewertet.

Abweichung vom Ausgangswert	Bewertung
nicht weniger als +0,0 dB	⊙
-1,0 dB oder höher	O
weniger als -1,0 dB	X

(19) Wärme- und Feuchtigkeitsstabilität

[0127] Das Band wird bei einer Temperatur von 60 °C und einer Feuchtigkeit von 80 % r. F. 90 Stunden stehen gelassen, um visuell zu beobachten, ob die abgeschiedene Oberfläche korrodiert. Die Wärme- und Feuchtigkeitsstabilität des Bandes wird auf der Basis der folgenden Kriterien bewertet.

Ergebnis der visuellen Beobachtung	Bewertung
nicht korrodiert	O
korrodiert	X

(20) Gehalt an Halogenionen

[0128] Dieser wird auf eine Art und Weise gemessen, die aus den folgenden Schritten besteht.

- 1) Zehn Milliliter ultra-reines Wasser werden in einen Petrischalen-ähnlichen Teflonbehälter gefüllt.
- 2) Eine Probe, die durch das Schneiden des Films zu einem Quadrat mit jeweils einer Seitelänge von 5 cm erhalten wurde, wird auf das Wasser ausgeschwommen, wobei die Extraktionsoberfläche dem Wasser zugewandt ist.
- 3) Es wird 30 Minuten Ultraschall an die Probe angelegt.
- 4) Der erhaltene Extrakt wird durch Ionenchromatographie analysiert.

< Meßbedingungen für die Ionenchromatographie >

Modell: 4000I von Dionex Co., Ltd.
 Säule: Ionpac AG4A-SC/AS4A-SC
 Eluent: 1,80 mM Na₂CO₃ + 1,70 mM NaHCO₃
 Regenerationsmittel: 0,025 N H₂SO₄
 Detektor: elektrische Leitfähigkeit
 Fließrate: 1,5 ml/min
 Unterdrücker: Mikromembranunterdrücker
 aufgezeichnete Ionen: F⁻, Cl⁻, NO₂⁻, Br⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻

(21) Gehalt an organischem polaren Lösungsmittel

[0129] 1 bis 100 Milligramm eines Probefilms werden gemäß des restlichen Lösungsmittels genau abgewogen, und der Probefilm wird durch einen Gaschromatographen (GC) unter Verwendung thermischer Extraktion unter den folgenden Bedingungen gemessen.

Meßbedingungen:

GC	Modell: 5890 Reihe II (von HEWLETT PACKARD) Säule: DB-17 (0,25 mm \varnothing \times 30 m \times 0,5 μ m, J&W Säulentemperatur: 160 bis 220 °C für 2 Minuten bei 8 °C/min Injektionsstellentemperatur: 300 °C mit einem Split-Verhältnis von 1/60
HS	Modell: JHS-100 (von Nippon Bunseki Kogyo Co., Ltd.) Temperatur und Zeit für die Wärmebehandlung: 280 °C \times 10 min Adsorptionstemperatur und Adsorbens: -60 °C und Quarzwolle Temperatur und Zeit für die Desorption: 20 bis 255 °C und 20 s

Beispiel 1

[0130] 25 mol-% p-Phenylendiamin und 25 mol-% 3,4-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten und 50 mol-% Terephthalsäurechlorid als eine Säurekomponente wurden in NMP (N-Methylpyrrolidon) polymerisiert.

[0131] Das erhaltene Polymer wurde in zwei Portionen geteilt. Dann wurde für die Filmschicht A eine NMP-Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 2.000 nm hergestellt, indem Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 8.000 nm (ein Produkt von Inoue Sekkai Co., Ltd.) in NMP durch einen Homogenisator dispergiert wurde, das resultierende Gemisch durch einen Sandschleifer gemahlen wurde, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 3.000 nm zu erhalten, und die resultierenden Teilchen mit einem 50- μ m-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) filtriert wurden. Diese NMP-Aufschlammung wurde zu einer der beiden Portionen des Polymers in einer solchen Menge zugegeben, daß sicher gestellt war, daß 50,4 mol-% Calciumhydroxid 50 mol-% Terephthalsäurechlorid, die oben verwendet wurden, entsprechen, um eine Film-bildende Ausgangslösung (A) mit einem pH von 4,7 herzustellen. Diese Portion des Polymers hatte eine logarithmische Viskosität von 3,5.

[0132] Eine Film-bildende Ausgangslösung (B) mit einem pH von 3,8 wurde für die Filmschicht B hergestellt, indem eine NMP-Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 2.000 nm zu der anderen Portion des Polymers (die eine logarithmische Viskosität von 3,5 hatte) zugegeben wurde.

[0133] Diese Ausgangslösungen wurden in einem Laminat aus zwei Schichten in einer Kalotte gebildet, so daß sowohl die Schicht A als auch die Schicht B des Zielfilms eine Dicke von 2,0 μ m haben sollten. Das Laminat wurde auf ein Metallband bei 100 °C gegossen, 2 Minuten bei 100 °C getrocknet, und dann schrittweise in insgesamt 10 Minuten bei 120 °C und 150 °C, um einen nicht gestreckten Film mit Selbsthaltungseigenschaften zu erhalten. Der nicht gestreckte Film wurde erhalten, wobei die Filmschicht A Luft ausgesetzt war und die Filmschicht B dem Band zugewandt war. Der nicht gestreckte Film wurde kontinuierlich von dem Band abgelöst und in Wasser eingeführt, um das Lösungsmittel und das Salz zu entfernen.

[0134] Das resultierende nicht gestreckte Filmlaminat wurde auf das 2,7fache in Längsrichtung bei 350 °C zwischen Walzen mit niedriger und hoher Geschwindigkeit gezogen, auf einen Spannrahmen aufgebracht, auf das 2,7fache in Querrichtung bei 380 °C gezogen, um einen biaxial gestreckten Film zu erhalten, der dann der Wärmebehandlung bei 400 °C für eine Minute unterzogen wurde, um ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 μ m zu erhalten.

[0135] Die restlichen Teilchen des Neutralisationsmittels in der Filmschicht A des erhaltenen Filmlaminats aus aromatischem Polyamid hatten einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 400 nm. Auf der anderen Seite wurde keines der Teilchen, die als die restlichen Teilchen des Neutralisationsmittels betrachtet werden konnten, in der Filmschicht B gefunden. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats werden in der Tabelle 2 gezeigt.

Beispiel 2

[0136] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 μ m wurde unter den in Tabelle 1 gezeigten Bedingungen und auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 1 erhalten, außer daß der pH der Ausgangslösung, die die Filmschicht B bildet, auf 4,5 geändert wurde. Die physikalischen Eigenschaften

ten und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt.

Beispiel 3

[0137] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 1 erhalten, außer daß die Diaminkomponente (50 mol-% insgesamt) aus 37,5 mol-% p-Phenylendiamin und 12,5 mol-% 3,4'-Diaminodiphenylether bestand. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt.

Beispiel 4

[0138] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 1 erhalten, außer daß die Diaminkomponente (50 mol-% insgesamt) aus 12,5 mol-% p-Phenylendiamin und 37,5 mol-% 3,4'-Diaminodiphenylether bestand. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt.

Beispiel 5

[0139] Eine Ausgangslösung mit einem pH von 5,5 wurde durch Zugabe einer NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.300 nm hergestellt, während eine andere Ausgangslösung mit einem pH von 4,3 durch Zugabe einer NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 3.000 nm (logarithmische Viskosität: 3,5) hergestellt wurde.

[0140] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 20 µm wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 2 erhalten, außer daß die Dicke der beiden Schichten auf 10 µm geändert wurde und die Teilchendurchmesser wie in Tabelle 1 zeigt, geändert wurden. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 1

[0141] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde unter den in Tabelle 1 gezeigten Bedingungen und auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 1 erhalten, außer daß der Streckschritt weggelassen wurde. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt. Da das Filmlaminat nicht gestreckt wurde, waren nicht ausreichend Vorsprünge auf seiner Oberfläche vorhanden. Daher hatte es einen großen Reibungskoeffizienten und eine schlechte Aufwickeleigenschaft.

Vergleichsbeispiel 2

[0142] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde unter den in Tabelle 1 gezeigten Bedingungen und auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 1 erhalten, außer daß der pH der Film-bildenden Ausgangslösung für die Filmschicht A und die für die Filmschicht B jeweils auf 3,6 geändert wurden und die Neutralisationsmittelteilchen aus den beiden Schichten entfernt wurden. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt. Es ist selbstverständlich, daß das Laminat schlechte Handhabungseigenschaften aufweist.

Vergleichsbeispiel 3

[0143] Eine Film-bildende Ausgangslösung wurde wie in Beispiel 1 hergestellt, außer das eine NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid durch einen Sandschleifer gemahlen wurde, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.000 nm zu erhalten, und diese mit einem 20-µm-Meshfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) filtriert wurde, um eine NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 350 nm zu erhalten, die dann zu einem Polymerisationssystem gegeben wurde, um den pH der erhaltenen Film-bildenden Ausgangslösung auf 3,5 einzustellen, und das die Neutralisierungsmittelteilchen entfernt wurden.

[0144] Die erhaltene Ausgangslösung wurde in zwei Portionen geteilt, von denen eine der ersten einer dreischichtigen Formpresse und der dritten Schicht der Formpresse zugeführt wurde, so daß sie beide Oberflächenschichten des Filmlaminats bilden. Ein sphärisches Siliciumdioxid mit einem durchschnittlichen Teilchen-

durchmesser von 1,5 µm wurde dem anderen Teil der Ausgangslösung in einer Menge von 0,3 Gew.-%, basierend auf dem Feststoffgehalt des Harzes, zugegeben und damit gemischt, und das resultierende Gemisch wurde der zweiten Schicht der Formpresse zugeführt und bildete die Zwischenschicht des Films. Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 5,0 µm (jede der Oberflächenschichten hat eine Dicke von 1,0 µm) wurde dann gemäß Beispiel 1 hergestellt. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt. Es ist selbstverständlich, daß das Laminat schlechte Handhabungseigenschaften aufweist.

Vergleichsbeispiel 4

[0145] Eine einschichtiger aromatischer Polyamidfilm mit einer endgültigen Dicke von 5,0 µm wurde nur unter Verwendung der Film-bildenden Ausgangslösung, die das sphärische Siliciumdioxid für die zweite Schicht in Vergleichsbeispiel 3 enthält, unter den in Tabelle 1 gezeigten Bedingungen erhalten. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt. Es ist selbstverständlich, daß der Film eine schlechte Abriebbeständigkeit aufweist, weil eine extern zugegebene Teilchen-enthaltende Schicht als die äußerste Schicht exponiert wird.

Vergleichsbeispiel 5

[0146] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde unter den in Tabelle 1 gezeigten Bedingungen und gemäß Beispiel 1 erhalten, außer daß der Teilchendurchmesser des Neutralisationsmittels vor seiner Zugabe auf 22.000 nm und der pH der Film-bildenden Ausgangslösung für die Filmschicht A auf 4,5 geändert wurde, so daß grobe Vorsprünge auf der Oberfläche des Films gebildet wurden. Die physikalischen Eigenschaften und die charakteristischen Eigenschaften des Filmlaminats werden in Tabelle 2 gezeigt. Es ist selbstverständlich, daß das Laminat einen großen Porenanteil und eine schlechte Abriebbeständigkeit aufweist.

Vergleichsbeispiel 6

[0147] Eine Film-bildende Ausgangslösung für die Filmschicht A wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 2 hergestellt, und ein sphärisches Siliciumdioxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 400 nm wurde zu der Ausgangslösung in einer solchen Menge zugegeben, daß sein Anteil 0,2 % des Feststoffgehaltes des Harzes betrug. Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde unter Verwendung derselben Filmschicht B und der Filmbildungsbedingungen, wie die, die in Beispiel 2 verwendet wurden, erhalten. Es ist selbstverständlich, daß das Laminat einen großen Porenanteil und eine schlechte Abriebbeständigkeit aufweist, weil die Teilchen, die in einer anorganische Teilchen-enthaltenden Schicht enthalten sind, extern zugegebene Teilchen sind.

Tabelle 1

	Schicht A				Zwischenschicht			
	DAPE/PPDA (mol-%)	Neutralisationsmittelchen	Teilchendurchmesser z.Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach der Neutralisation (nm)	Schichtdicke (μm)	Neutralisationsmittelchen	Teilchendurchmesser (nm)
Bsp. 1	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	400	-	-	-
Bsp. 2	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	400	-	-	-
Bsp. 3	12,5/37,5	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	400	-	-	-
Bsp. 4	37,5/12,5	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	400	-	-	-
Bsp. 5	25/25	Ca(OH) ₂	1.300	4,7	300	-	-	-
Vgl.-bsp. 1	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	400	-	-	-
Vgl.-bsp. 2	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	3,6	Teilchen völlig gelöst	-	-	-
Vgl.-bsp. 3	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	3,5	Teilchen völlig gelöst	3	extern zugegebenes SiO ₂	1.500
Vgl.-bsp. 4	25/25	-	-	-	-	5	extern zugegebenes SiO ₂	1.500
Vgl.-bsp. 5	25/25	Ca(OH) ₂	22.000	4,5	3.500	-	-	-
Vgl.-bsp. 6	25/25	Ca(OH) ₂	2.000	4,7	extern zugegebenes SiO ₂ – völlig gelöst	-	-	-

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

DAPE: 3,4'-Diaminodiphenylether

PPDA: p-Phenylendiamin

extern zugegebenes SiO₂: extern zugegebenes sphärisches Siliciumdioxid

Tabelle 1 (Fortsetzung)

	Schicht B			Filmdicke (μm)
	Neutralisationsmittelteilchen	pH	Teilchendurchmesser nach der Neutralisation	
Bsp. 1	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	Teilchen völlig gelöst	4,0
Bsp. 2	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	4,5	50	4,0
Bsp. 3	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	Teilchen völlig gelöst	4,0
Bsp. 4	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	Teilchen völlig gelöst	4,0
Bsp. 5	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	400	20,0
Vgl.-bsp. 1	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	Teilchen völlig gelöst	4,0
Vgl.-bsp. 2	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,6	Teilchen völlig gelöst	4,0
Vgl.-bsp. 3	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,5	Teilchen völlig gelöst	5,0
Vgl.-bsp. 4	-	-	-	5,0
Vgl.-bsp. 5	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	3,8	50	4,0
Vgl.-bsp. 6	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	4,5	50	4,0

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 2

	Streckverhältnisse in Längs- und Querrichtung	Flächenstreckverhältnis	Oberflächenrauigkeit Ra (nm)		Schicht A	
			Schicht A	Schicht B	Anzahl an Vorsprüngen pro mm^2	Porenanteil
Bsp. 1	2,7 x 2,7	7,3	12,2	0,9	18.500	1,2
Bsp. 2	2,7 x 2,7	7,3	12,5	1,1	18.500	1,2
Bsp. 3	2,7 x 2,7	7,3	12,8	1,0	18.500	1,2
Bsp. 4	2,7 x 2,7	7,3	11,7	0,9	18.500	1,2
Bsp. 5	2,7 x 2,7	7,3	14,9	9,3	44.000	1,2
Vgl.-bsp. 1	1,0 x 1,0	1,0	2,5	1,0	unmöglich zu beobachten	1,0
Vgl.-bsp. 2	2,7 x 2,7	7,3	0,7	0,7	-	-
Vgl.-bsp. 3	2,7 x 2,7	7,3	41,1	40,8	-	-
Vgl.-bsp. 4	2,7 x 2,7	7,3	65,9	65,3	150	1,9
Vgl.-bsp. 5	2,7 x 2,7	7,3	103,5	33,5	60	2,5
Vgl.-bsp. 6	2,7 x 2,7	7,3	12,5	1,0	18.500	2,2

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 2 (Fortsetzung)

	Youngscher Modul (kg/mm ²)			Reibungskoeffizient	Aufwickeleigenschaft	Abriebbeständigkeit	Schicht B
	In Längsrichtung	In Querrichtung	In Längs- u. Querrichtung				Anzahl der Vorsprünge pro mm ²
Bsp. 1	1.250	1.250	2.500	○	○	○	-
Bsp. 2	1.250	1.250	2.500	⊙	○	○	18.500
Bsp. 3	1.350	1.350	2.700	○	⊙	○	-
Bsp. 4	1.150	1.150	2.300	○	⊙	○	-
Bsp. 5	1.250	1.250	2.500	⊙	⊙	⊙	7.500
Vgl.-bsp. 1	600	600	1.200	X	X	○	-
Vgl.-bsp. 2	1.250	1.250	2.500	X	XX	○	-
Vgl.-bsp. 3	1.250	1.250	2.500	X	X	○	-
Vgl.-bsp. 4	1.250	1.250	2.500	⊙	○	X	-
Vgl.-bsp. 5	1.250	1.250	2.500	⊙	⊙	X	18.500
Vgl.-bsp. 6	1.250	1.250	2.500	○	○	X	18.500

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Beispiel 6

[0148] 25 mol-% p-Phenylendiamin und 25 mol-% 3,4'-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten und 50 mol-% Terephthalsäurechlorid als eine Säurekomponente wurden in NMP (N-Methylpyrrolidon) polymerisiert.

[0149] In der Zwischenzeit wurde eine NMP-Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.900 nm durch das Dispergieren von Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 8.000 nm (ein Produkt von Inoue Sekkai Co., Ltd.) in NMP durch einen Homogenisator, Mahlen des resultierenden Gemisches durch einen Sandschleifer, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 2.800 nm zu erhalten, und Filtern der resultierenden Teilchen mit einem 50-µm-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) hergestellt.

[0150] Das obige Polymer wurde in zwei Portionen geteilt, und die obige NMP-Aufschlammung wurde zu einer der beiden Portionen des Polymers in einer solchen Menge zugegeben, daß sichergestellt war, daß 50,2 mol-% Calciumhydroxid 50 mol-% des Terephthalsäurechlorids, das oben verwendet wird, entsprechen, um eine Film-bildende Ausgangslösung (A) für die Schicht A zu bilden. Die Film-bildende Ausgangslösung (A) hatte einen pH von 4,7. Diese Portion des Polymers hatte eine logarithmische Viskosität von 3,5.

[0151] Eine Film-bildende Ausgangslösung (B) wurde für die Filmschicht B hergestellt, indem die obige Aufschlammung aus Calciumhydroxid durch einen Sandschleifer gemahlen wurde, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 900 nm zu erhalten, die resultierenden Teilchen mit einem 20-µm-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) filtriert wurden, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 600 nm zu erhalten, und die resultierende Aufschlammung zu der anderen Portion des Polymers in einer solchen Menge zugegeben wurde, daß sichergestellt war, daß 50,3 mol-% Calciumhydroxid 50 mol-% des Terephthalsäurechlorids entsprechen, daß oben verwendet wurde. Die Film-bildende Ausgangslösung (B) hatte einen pH von 4,9. Diese Portion des Polymers hatte eine logarithmische Viskosität von 3,5.

[0152] Die erhaltenen Film-bildenden Ausgangslösungen (A) und (B) wurden auf 100 °C erwärmt und in einer Kalotte bei 100 °C zu einem Laminat geformt, so daß die Schicht A und die Schicht B des Produktfilms eine Dicke von 0,5 µm bzw. eine Dicke von 5,5 µm hatten. Das Laminat wurde auf ein Metallband bei 100 °C gegossen, zwei Minuten bei 100 °C, und dann schrittweise über insgesamt 10 Minuten bei 120 °C und 150 °C, getrocknet, um ein nicht gestrecktes Filmlaminat mit Selbsthaltungseigenschaften zu erhalten. Es wurde ein nicht gestrecktes Filmlaminat erhalten, dessen Schicht A dem Band zugewandt war. Nachdem das nicht gestreckte Filmlaminat kontinuierlich von dem Band abgelöst war und in ein Wasserbad eingeführt wurde, um das Lösungsmittel und das Salz zu entfernen, wurde es 15 Minuten bei 150 °C getrocknet.

[0153] Das resultierende nicht gestreckte Filmlaminat wurde auf das 2,5fache in Längsrichtung bei 350 °C

zwischen Walzen mit niedriger und hoher Geschwindigkeit gezogen, auf einen Spannrahmen aufgebracht, auf das 3,0fache in Querrichtung bei 380 °C gezogen, um ein biaxial gestrecktes Filmlaminat zu erhalten, das dann der Wärmebehandlung bei 400 °C für eine Minute unterzogen wurde, um ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 6,0 µm zu erhalten.

[0154] Die restlichen Teilchen des Neutralisationsmittels in der Filmschicht A und der Filmschicht B des erhaltenen Filmlaminats hatten einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 300 nm bzw. 100 nm. Die anderen Konstitutionen, die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Beispiele 7 bis 11

[0155] Filme mit den in Tabelle 3 gezeigten Zusammensetzungen wurden gemäß Beispiel 6 und unter den Bedingungen, die in Tabelle 2 gezeigt werden, hergestellt. Die physikalischen Eigenschaften dieser Filmlamine aus aromatischem Polyamid und die charakteristischen Eigenschaften der beschichteten Magnetbänder, die daraus hergestellt wurden, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Beispiel 12

[0156] Ein Polymer wurde hergestellt, indem eine Polymerisation gemäß Beispiel 6 durchgeführt wurde und es in zwei Portionen geteilt wurde. Zu einer von ihnen wurde eine Aufschlammung aus Calciumhydroxid zugegeben, so daß der Teilchendurchmesser der Neutralisierungsmittelteilchen zum Zeitpunkt der Zugabe 1.600 nm und 300 nm nach der Neutralisation betrug, und es wurde eine Film-bildende Ausgangslösung (A) mit einem pH von 4,9 hergestellt.

[0157] Zu der anderen Portion wurde eine Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.600 nm zugegeben, um eine Filmbildende Ausgangslösung (C) mit einem pH von 3,6 herzustellen. In der Filmbildende Ausgangslösung (C) wurden keine Teilchen gefunden, die aus dem Rest des Neutralisierungsmittels stammen. Ein dreischichtiges Filmlaminat mit einer Schichtzusammensetzung von (A)-(C)-(A) (2,5 µm, 4,0 µm bzw. 0,5 µm in der Dicke) wurde gemäß Beispiel 1 aus einer dreischichtigen Kalotte unter Verwendung zweier Extruder hergestellt. Die Schicht mit einer endgültigen Dicke von 2,5 µm wurde als die Schicht A verwendet, die dem Metallband zum Zeitpunkt des Gießens zugewandt war. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Beispiel 13

[0158] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 6 erhalten, außer daß die Diaminkomponente (50 mol-% insgesamt) aus 37,5 mol-% p-Phenylendiamin und 12,5 mol % 3,4'-Diaminodiphenylether besteht, und daß die Dicken der Schicht A und der Schicht B wie in Tabelle 3 gezeigt, geändert wurden. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Beispiel 14

[0159] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 6 erhalten, außer daß die Diaminkomponente (50 mol-% insgesamt) aus 12,5 mol-% p-Phenylendiamin und 37,5 mol % 3,4'-Diaminodiphenylether besteht, und daß die Dicken der Schicht A und der Schicht B wie in Tabelle 3 gezeigt, geändert wurden. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Vergleichsbeispiele 7, 9 und 10

[0160] Probenfilme mit den in Tabelle 3 und 4 gezeigten Zusammensetzungen wurden gemäß Beispiel 6 und unter den in Tabelle 3 und 4 gezeigten Bedingungen hergestellt. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 8

[0161] Unter Gebrauch der Film-bildenden Ausgangslösung (C) aus Beispiel 12 als die Schicht A, wurde ein Filmlaminat mit den in den Tabellen 3 und 4 gezeigten Zusammensetzungen gemäß Beispiel 6 und unter den in Tabelle 3 und 4 gezeigten Bedingungen hergestellt. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 11

[0162] Ein in Tabelle 3 gezeigtes Filmlaminat wurde gemäß Beispiel 6 hergestellt, indem die Film-bildende Ausgangslösung (C) aus Beispiel 12 in zwei Portionen geteilt wurde, von denen die eine mit einem sphärischen Siliciumdioxid (mit einem Teilchendurchmesser von 600 nm) gemischt wurde, um eine Film-bildende Ausgangslösung für die Schicht A zu bilden, und von denen die andere direkt als eine Film-bildende Ausgangslösung für die Schicht B verwendet wurde. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des beschichteten Magnetbandes, das daraus hergestellt wurde, werden in Tabelle 4 und Tabelle 5 gezeigt.

Tabelle 3

	DAPE/PPDA (mol%)	Schicht A				Schichtdicke (μm)
		Neutralisations- mitteilchen	Teilchendurchmesser z.Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach der Neutralisation (nm)	
Bsp. 6	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	0,5
Bsp. 7	25/25	Ca(OH) ₂	7.000	4,6	900	0,5
Bsp. 8	25/25	Ca(OH) ₂	900	5,0	180	1,0
Bsp. 9	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	0,5
Bsp. 10	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	0,5
Bsp. 11	25/25	CaCO ₃	1.800	5,1	400	1,5
Bsp. 12	25/25	Ca(OH) ₂	1.600	4,9	300	2,5
Bsp. 13	12,5/37,5	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	3,0
Bsp. 14	37,5/12,5	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	0,5
Vgl.-bsp. 7	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	4,7	300	0,5
Vgl.-bsp. 8	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	3,6	Teilchen völlig gelöst	0,5
Vgl.-bsp. 9	25/25	Ca(OH) ₂	20.500	4,4	2.500	0,5
Vgl.-bsp. 10	25/25	Ca(OH) ₂	320	7,0	50	0,5
Vgl.-bsp. 11	25/25	Ca(OH) ₂	1.900	3,6	extern zugegebenes SiO ₂ : 600	0,5

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

DAPE: 3,4'-Diaminodiphenylether

PPDA: p-Phenylendiamin

Extern zugegebenes SiO₂: extern zugegebenes sphärisches Siliciumdioxid

Tabelle 3 (Fortsetzung)

	Zwischenschicht		Schicht B				Filmdicke (μm)		
	Neutralisationsmit- telteilchen	Teilchendurchmes- ser (nm)	Schichtdicke (μm)	Neutralisationsmittelteil- chen	Teilchendurchmesser z. Z. der Zugabe (nm)	pH		Teilchendurchmesser nach Neutralisaion (nm)	Schichtdicke (μm)
Bsp. 6	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	5,5	6,0
Bsp. 7	-	-	-	Ca(OH) ₂	500	4,8	80	3,5	4,0
Bsp. 8	-	-	-	Ca(OH) ₂	900	5,0	150	3,0	4,0
Bsp. 9	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	3,5	4,0
Bsp. 10	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	2,5	3,0
Bsp. 11	-	-	-	CaCO ₃	600	4,9	100	2,5	4,0
Bsp. 12	-	-	4,0	Ca(OH) ₂	1.600	4,9	300	0,5	7,0
Bsp. 13	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	6,0	9,0
Bsp. 14	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	4,0	4,5
Vgl.-bsp. 7	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,9	100	3,5	4,0
Vgl.-bsp. 8	-	-	-	Ca(OH) ₂	200	4,9	30	3,5	4,0
Vgl.-bsp. 9	-	-	-	Ca(OH) ₂	600	4,6	100	3,5	4,0
Vgl.-bsp. 10	-	-	-	Ca(OH) ₂	200	4,9	30	3,5	4,0
Vgl.-bsp. 11	-	-	-	Ca(OH) ₂	1.900	3,6	Teilchen völlig gelöst	3,5	4,0

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 4

	Streckverhältnis		Oberflächenrauigkeit (nm)		Schicht A		Schicht B
	Streckverhältnisse in Längs- u. Quer- richtung	Flächen- streckver- hältnis	Schicht A	Schicht B	Anzahl von Vor- sprüngen pro mm ²	Porenanteil	Anzahl von Vorsprüngen pro mm ²
Bsp. 6	2,5 x 3,0	7,5	4,2	1,9	14.500	1,05	80.000
Bsp. 7	2,5 x 3,0	7,5	12,3	2,5	430	1,10	106.000
Bsp. 8	2,5 x 3,0	7,5	6,1	2,1	54.000	1,02	33.000
Bsp. 9	2,0 x 3,0	7,0	4,8	2,0	12.000	1,04	78.000
Bsp. 10	2,8 x 2,8	7,8	5,5	2,0	16.500	1,05	85.000
Bsp. 11	2,5 x 3,0	7,5	10,8	2,5	34.000	1,03	66.000
Bsp. 12	2,5 x 3,0	7,5	7,8	4,5	22.000	1,01	22.000
Bsp. 13	2,5 x 3,0	7,5	7,5	2,3	14.500	1,02	80.000
Bsp. 14	2,5 x 3,0	7,5	4,4	2,0	14.500	1,03	80.000
Vgl.-bsp. 7	1,0 x 1,0	1,0	2,1	1,8	unmöglich zu be- obachten	1,00	unmöglich zu beobachten
Vgl.-bsp. 8	2,5 x 3,0	7,5	1,5	3,1	-	-	230.000
Vgl.-bsp. 9	2,5 x 3,0	7,5	32,7	7,7	20	2,25	80.000
Vgl.-bsp. 10	2,5 x 3,0	7,5	4,8	3,2	1.250.000	1,03	230.000
Vgl.-bsp. 11	2,5 x 3,0	7,5	6,6	2,2	3.000	2,40	-

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 5

	gesamte Young- sche Moduli in Längs- u. Quer- richtung (kg/mm ²)	Biegefestigkeit (mg · mm)	Bruchfestigkeit in Längsrichtung (kg/mm ²)	max. thermischer Schrumpfungsfak- tor (%)	Lüftungsindex (mmHg/h)	Aufwickeligen- schaft	Abriebbeständig- keit der Schicht A
Bsp. 6	2.500	7,0	45	0,3	4,5	○	⊙
Bsp. 7	2.500	7,0	45	0,3	13,7	⊙	○
Bsp. 8	2.500	7,0	45	0,3	6,1	○	⊙
Bsp. 9	2.350	5,6	42	0,3	5,5	○	⊙
Bsp. 10	2.600	7,8	49	0,3	8,2	○	⊙
Bsp. 11	2.500	7,0	45	0,3	11,8	⊙	○
Bsp. 12	2.500	7,0	45	0,3	9,3	⊙	⊙
Bsp. 13	2.800	7,1	49	0,1	8,4	○	⊙
Bsp. 14	2.300	6,9	42	0,5	4,2	○	⊙
Vgl.-bsp. 7	1.200	4,2	22	1,2	2,2	⊙	○
Vgl.-bsp. 8	2.500	7,0	45	0,3	1	XX	⊙
Vgl.-bsp. 9	2.500	7,0	45	0,3	37,6	⊙	X
Vgl.-bsp. 10	2.500	7,0	45	0,3	2,9	X	X
Vgl.-bsp. 11	2.500	7,0	45	0,3	8,3	⊙	X

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 5 (Fortsetzung)

	Durchlauf-Reibungskoeffizient von Schicht B (Film gegen Stift)	C/N (A)	Ausfälle	Laufdauer
Bsp. 6	○	⊙	○	○
Bsp. 7	○	○	○	○
Bsp. 8	○	⊙	○	○
Bsp. 9	○	⊙	○	○
Bsp. 10	○	⊙	○	○
Bsp. 11	○	○	○	○
Bsp. 12	⊙	○	○	○
Bsp. 13	○	○	○	○
Bsp. 14	○	⊙	○	○
Vgl.-bsp. 7	X	X	○	X
Vgl.-bsp. 8	○	⊙	○	X
Vgl.-bsp. 9	⊙	X	X	○
Vgl.-bsp. 10	○	⊙	X	○
Vgl.-bsp. 11	X	⊙	X	X

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Beispiel 15

[0163] 25 mol-% p-Phenylendiamin und 25 mol-% 3,4'-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten und 50 mol-% Terephthalsäurechlorid als eine Säurekomponente wurden in NMP (N-Methylpyrrolidon) polymerisiert. In der Zwischenzeit wurde eine NMP-Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 2.500 nm für die Schicht A durch das Dispergieren von Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 8.000 nm (ein Produkt von Inoue Sekkai Co., Ltd.) in NMP durch einen Homogenisator, Mahlen des resultierenden Gemisches durch einen Sandschleifer, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 4.000 nm zu erhalten, und Filtern der resultierenden Teilchen mit einem 50- μ m-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) hergestellt. Dann wurde eine NMP-Aufschlammung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 700 nm für die Schicht B durch Mahlen der obigen Aufschlammung durch einen Sandschleifer, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.000 nm zu erhalten, und Filtern der resultierenden Teilchen mit einem 20- μ m-Maschfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) hergestellt. Das obige Polymer wurde in zwei Portionen geteilt, und die Aufschlammung mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 2.500 nm wurde zu einer der beiden Portionen des Polymers zugegeben, und die Aufschlammung mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 700 nm zu der anderen Portion des Polymers in einer solchen Menge zugegeben, daß sichergestellt war, daß 50,2 mol-% Calciumhydroxid und 50,1 mol-% Calciumhydroxid 50 mol-% des Terephthalsäurechlorids, das oben verwendet wird, entsprechen, um eine Filmbildende Ausgangslösung (A) für die Schicht A und eine Film-bildende Ausgangslösung (B) für die Schicht B zu bilden. Die Film-bildende Ausgangslösung (A) hatte einen pH von 4,7, während die Film-bildende Ausgangslösung (B) einen pH von 4,5 hatte. Beide Portionen des Polymers hatten eine logarithmische Viskosität von 3,5.

[0164] Die erhaltenen Film-bildenden Ausgangslösungen (A) und (B) wurden auf 100 °C erwärmt und in einer Kalotte bei 100 °C zu einem Laminat aus zwei Schichten geformt, so daß die Schicht A und die Schicht B des Produktfilms eine Dicke von 1,0 μ m bzw. eine Dicke von 3,0 μ m hatten. Das Laminat wurde auf ein Metallband bei 100 °C gegossen, zwei Minuten bei 100 °C, und dann schrittweise über insgesamt 10 Minuten bei 120 °C und 150 °C getrocknet, um ein nicht gestrecktes Filmlaminat mit Selbsthaltungseigenschaften zu erhalten. Es wurde ein nicht gestreckter Film erhalten, dessen Schicht A dem Band zugewandt war. Nachdem das nicht gestreckte Filmlaminat kontinuierlich von dem Band abgelöst wurde und in ein Wasserbad eingeführt wurde, um das Lösungsmittel und das Salz zu entfernen, wurde es 3 Minuten bei 180 °C getrocknet.

[0165] Das erhaltene nicht gestreckte Filmlaminat wurde auf das 2,5fache in Längsrichtung bei 350 °C zwischen Walzen mit niedriger und hoher Geschwindigkeit gezogen, auf einen Spannrahmen aufgebracht, auf das 3,0fache in Querrichtung bei 380 °C gezogen, um einen biaxial gestreckten Film zu erhalten, der dann der Wärmebehandlung bei 400 °C für eine Minute unterzogen wurde, um ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm zu erhalten.

[0166] Die restlichen Teilchen des Neutralisationsmittels in der Filmschicht A und der Filmschicht B des erhaltenen Filmlaminats hatten einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 400 nm bzw. 100 nm. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt.

Beispiele 16 bis 23

[0167] Filmlamine aus aromatischem Polyamid wurden unter den in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigten Bedingungen und gemäß Beispiel 15 erhalten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften der Magnetbänder aus dem dünnen Metallfilm, die aus diesem Filmlaminat hergestellt wurden, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 12

[0168] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 15 erhalten, außer daß kein Strecken durchgeführt wurde. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften der Magnetbänder aus dem dünnen Metallfilm, die aus diesem Filmlaminat hergestellt wurden, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 13

[0169] Eine Film-bildende Ausgangslösung (B) wurde auf dieselbe Weise wie in Beispiel 15 hergestellt, außer daß das Polymer für die Schicht B nicht neutralisiert wurde. Nachdem ein Laminat aus der Schicht A und der Schicht B auf ein Metallband gegossen wurde und auf dieselbe Weise wie in Beispiel 15 getrocknet wurde, bis es Selbsthaltungseigenschaften annimmt, wurde das Laminat bei 180 °C für 5 Minuten weiter getrocknet, ohne daß es mit Wasser behandelt wird, und gestreckt und auf dieselbe Weise wie in Beispiel 15 einer Wärmebehandlung unterzogen, um ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm zu erhalten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt. Da das Filmlaminat nicht mit Wasser behandelt wurde, verblieben Chlorionen, die eine schlechte Wärme- und Feuchtigkeitsstabilität verursachten.

Vergleichsbeispiele 14 und 15

[0170] Filmlamine aus aromatischem Polyamid wurden unter den in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigten Bedingungen und gemäß Beispiel 15 erhalten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften der Magnetbänder aus dem dünnen Metallfilm, die aus diesem Filmlaminat hergestellt wurden, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt. In Vergleichsbeispiel 14 hatte das erhaltene Filmlaminat eine schlechte Abriebbeständigkeit, weil die Teilchen, die in der Schicht A enthalten sind, zu groß sind und große Vorsprünge auf den dünnen Metallfilm übertragen wurden, so daß das erhaltene Band schlechte elektromagnetische Umwandlungsmerkmale hatte. In Vergleichsbeispiel 15 war die Abriebbeständigkeit der Schicht B des erhaltenen Filmlaminats wiederum schlecht, weil die Oberfläche der Schicht B zu rau war, und das erhaltene Magnetband hatte schlechte elektromagnetische Umwandlungsmerkmale.

Vergleichsbeispiel 16

[0171] Es wurde ein Magnetband hergestellt, indem auf der Schicht A des Filmlaminats aus Beispiel 15 eine Schicht aus einem dünnen Metallfilm gebildet wurde und auf dessen Schicht B eine Rückenschicht gebildet wurde. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt. Das Band hatte schlechte elektromagnetische Umwandlungsmerkmale, weil die Filmoberfläche, auf der die Schicht aus dem dünnen Metallfilm gebildet worden ist, rau war.

[0172] Eine Polymerlösung, die hergestellt wurde, um eine Film-bildende Ausgangslösung mit einem pH von 3,6 zu erhalten, wurde unter Verwendung von Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 700 nm als ein Neutralisierungsmittel neutralisiert. Das neutralisierte Polymer wurde in zwei Portionen geteilt. Eine Film-bildende Ausgangslösung (A) und eine Film-bildende Ausgangslösung (B) wurden durch die Zugabe von sphärischem Siliciumdioxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 500 nm zu einer der beiden Portionen aus dem Polymer bzw. einer Aufschlämmung, die durch Dispergierung eines sphärischen Siliciumdioxids mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 20 nm in NMP zu der anderen Portion des Polymers, hergestellt. Danach wurde ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid gemäß Beispiel 15 erhalten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 6 und Tabelle 7 gezeigt. Es wurde kein restliches Neutralisierungsmittel in dem erhaltenen Film gefunden.

[0173] Das zugegebene sphärische Siliciumdioxid verursachte die Bildung von großen Poren in der Schicht A und vielen Agglomeraten in der Schicht B. Daher hatten beide Schichten eine schlechte Abriebbeständigkeit.

Tabelle 6

	DAPE/PPDA (mol-%)	Schicht A				Schichtdicke (μm)
		Neutralisations- mittelteilchen	Teilchendurchmesser z.Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach der Neutralisation (nm)	
Bsp. 15	25/25	Ca(OH) ₂	2.500	4,7	400	1,0
Bsp. 16	25/25	Ca(OH) ₂	3.500	4,6	500	2,0
Bsp. 17	25/25	Ca(OH) ₂	3.500	4,6	500	0,5
Bsp. 18	25/25	CaCO ₃	4.200	4,6	600	0,2
Bsp. 19	25/25	CaCO ₃	800	4,9	200	2,0
Bsp. 20	25/25	CaCO ₃	7.000	4,5	800	2,0
Bsp. 21	25/25	Mg(OH) ₂	3.700	4,6	500	1,0
Bsp. 22	35/15	CaCO ₃	2.800	4,6	400	1,0
Bsp. 23	15/35	CaCO ₃	2.900	4,6	400	1,0
Vgl.-bsp. 12	25/25	Ca(OH) ₂	2.500	4,7	400	1,0
Vgl.-bsp. 13	25/25	Ca(OH) ₂	2.500	4,7	400	1,0
Vgl.-bsp. 14	25/25	CaCO ₃	20.100	4,5	2.100	1,0
Vgl.-bsp. 15	25/25	Ca(OH) ₂	2.500	4,7	400	1,0
Vgl.-bsp. 16	25/25	Ca(OH) ₂	700	4,5	100	3,0
Vgl.-bsp. 17	25/25	Ca(OH) ₂	700	3,6	extern zugegebenes SiO ₂ : 500 – völlig gelöst	0,5

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

DAPE: 3,4'-Diaminodiphenylether

PPDA: p-Phenylendiamin

Extern zugegebenes SiO₂: extern zugegebenes sphärisches Siliciumdioxid

Tabelle 6 (Fortsetzung)

	Schicht B					Filmdicke (μm)
	Neutralisations- mittelteilchen	Teilchendurchmesser z. Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach Neutralisation (nm)	Schichtdicke (μm)	
Bsp. 15	Ca(OH) ₂	700	4,5	100	3,0	4,0
Bsp. 16	Ca(OH) ₂	130	4,7	20	2,0	4,0
Bsp. 17	CaCO ₃	300	4,5	40	2,5	3,0
Bsp. 18	Ca(OH) ₂	600	4,4	70	1,8	2,0
Bsp. 19	CaCO ₃	800	4,4	100	4,0	6,0
Bsp. 20	Mg(OH) ₂	440	4,7	80	6,0	8,0
Bsp. 21	MgCO ₃	1.000	4,5	120	3,0	4,0
Bsp. 22	Ca(OH) ₂	160	4,6	20	3,0	4,0
Bsp. 23	CaCO ₃	1.600	4,4	150	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 12	Ca(OH) ₂	700	4,5	100	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 13	nicht neutralisiert	-	2,3	-	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 14	Ca(OH) ₂	700	4,5	100	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 15	Ca(OH) ₂	180	11,0	100	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 16	Ca(OH) ₂	2.500	4,7	400	1,0	4,0
Vgl.-bsp. 17	Ca(OH) ₂	700	3,6	extern zugegebenes SiO ₂ : 20 völlig gelöst	3,5	4,0

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

DAPE: 3,4'-Diaminodiphenylether

PPDA: p-Phenylendiamin

extern zugegebenes SiO₂: extern zugegebenes sphärisches Siliciumdioxid

Tabelle 7

	Streckverhältnis- se in Längs- und Querrichtung	Flächenstreck- verhältnis	Youngsche Moduli in Längs- u. Querrich- tung (kg/mm ²)	Oberflächenrauigkeit Ra (nm)		Schicht A		Anzahl der Vor- sprünge pro mm ² in Schicht B
				Schicht A	Schicht B	Anzahl an Vorsprün- gen pro mm ²	Porenanteil	
Bsp. 15	2,5 x 3,0	7,50	2.500	6,2	1,2	10.000	1,07	38.000
Bsp. 16	2,0 x 3,5	7,00	2.600	7,3	1,0	6.300	1,05	375.000
Bsp. 17	2,2 x 3,3	7,26	2.500	3,5	1,0	3.900	1,05	98.000
Bsp. 18	2,5 x 3,0	7,50	2.500	7,5	0,9	920	1,03	33.000
Bsp. 19	2,5 x 3,0	7,50	2.500	8,4	1,2	96.000	1,01	31.000
Bsp. 20	2,5 x 3,0	7,50	2.500	6,6	1,5	1.800	1,08	87.000
Bsp. 21	2,5 x 3,0	7,50	2.500	6,2	1,3	3.900	1,03	17.000
Bsp. 22	2,5 x 3,0	7,50	2.500	5,4	0,9	8.400	1,05	187.000
Bsp. 23	2,0 x 3,0	6,00	2.500	5,5	1,2	8.400	1,05	8.200
Vgl.-bsp. 12	1,0 x 1,0	1,00	1.200	2,5	1,0	unmöglich zu be- obachten	1,00	unmöglich zu beobachten
Vgl.-bsp. 13	2,5 x 3,0	7,50	2.500	6,1	0,6	10.000	1,07	0
Vgl.-bsp. 14	2,5 x 3,0	7,50	2.500	21,3	8,8	40	2,20	38.000
Vgl.-bsp. 15	2,5 x 3,0	7,50	2.500	8,3	11,5	10.000	1,07	2.700.000
Vgl.-bsp. 16	2,5 x 3,0	7,50	2.500	1,2	6,3	38.000	1,01	10.000
Vgl.-bsp. 17	2,5 x 3,0	7,50	2.500	4,7	1,1	3.900	2,10	132.000

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Bsp.: Beispiel

Tabelle 7 (Fortsetzung)

	Nachweis von Halogenionen	Reibungskoeffizient	Abriebbeständigkeit gegen Stift		C/N (B)	Laufdauer	Wärme- und Feuchtigkeitsstabilität	org. Lösungsmittel
			Schicht A	Schicht B				
Bsp. 15	○	○	○	○	○	○	○	3
Bsp. 16	○	⊙	○	○	⊙	○	○	2
Bsp. 17	○	○	○	⊙	⊙	⊙	○	1
Bsp. 18	○	○	○	○	⊙	○	○	2
Bsp. 19	○	○	○	○	○	○	○	5
Bsp. 20	○	⊙	⊙	○	○	○	○	10
Bsp. 21	○	○	○	⊙	○	○	○	3
Bsp. 22	○	○	○	○	⊙	○	○	1
Bsp. 23	○	○	○	⊙	○	⊙	○	1
Vgl.-bsp. 12	○	X	○	○	X	X	○	8
Vgl.-bsp. 13	X	○	○	○	⊙	X	X	800
Vgl.-bsp. 14	○	⊙	X	○	X	⊙	○	2
Vgl.-bsp. 15	○	○	○	X	X	○	○	2
Vgl.-bsp. 16	○	○	○	○	X	⊙	○	2
Vgl.-bsp. 17	○	○	X	X	○	○	○	2

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Beispiel 24

[0174] 25 mol-% p-Phenylendiamin und 25 mol-% 3,4'-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten und 50 mol-% Terephthalsäurechlorid als eine Säurekomponente wurden in NMP (N-Methylpyrrolidon) polymerisiert. In der Zwischenzeit wurde eine NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 3.800 nm für die Schicht A durch das Dispergieren von Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 8.000 nm (ein Produkt von Inoue Sekkai Co., Ltd.) in NMP durch einen Homogenisator, Mahlen des resultierenden Gemisches durch einen Sandschleifer, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 5.000 nm zu erhalten, und Filtern der resultierenden Teilchen mit einem 50- μ m-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) hergestellt. Dann wurde eine NMP-Aufschlämmung aus Calciumhydroxid mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 800 nm als ein Neutralisationsmittel für die Schicht B durch Mahlen der obigen Aufschlämmung durch einen Sandschleifer, um einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1.000 nm zu erhalten, und Filtern der resultierenden Teilchen mit einem 20- μ m-Maschenfilter (HDC II, ein Produkt von Nippon Poll Co., Ltd.) hergestellt. Das obige Polymer wurde in zwei Portionen geteilt, und die Aufschlämmung mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 3.800 nm wurde zu einer der beiden Portionen des Polymers zugegeben, und die Aufschlämmung mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 800 nm zu der anderen Portion des Polymers in solchen Mengen zugegeben, daß sichergestellt war, daß 48,1 mol-% Calciumhydroxid und 50,2 mol-% Calciumhydroxid 50 mol-% des Terephthalsäurechlorids, das oben verwendet wird, entsprechen, um eine Filmbildende Ausgangslösung (A) für die Filmschicht A und eine Film-bildende Ausgangslösung (B) für die Filmschicht B zu bilden. Die Film-bildende Ausgangslösung (A) hatte einen pH von 4,7, während die Film-bildende Ausgangslösung (B) einen pH von 3,7 hatte. Beide Portionen des Polymers hatten eine logarithmische Viskosität von 3,5.

[0175] Die erhaltenen Film-bildenden Ausgangslösungen (A) und (B) wurden auf 100 °C erwärmt, mit einem 3- μ m-Maschenfilter filtriert, in einer Kalotte bei 100 °C zu einem Laminat aus zwei Schichten geformt, so daß die Schicht A und die Schicht B des Produktfilms eine Dicke von 1,0 μ m bzw. eine Dicke von 3,0 μ m hatten. Das Laminat wurde auf ein Metallband bei 100 °C gegossen, zwei Minuten bei 100 °C, und dann schrittweise über insgesamt 10 Minuten bei 120 °C und 150 °C getrocknet, um ein nicht gestrecktes Filmlaminat mit Selbsthaltungseigenschaften zu erhalten. Es wurde ein nicht gestreckter Film erhalten, dessen Schicht A dem Band zugewandt war. Nachdem das nicht gestreckte Filmlaminat kontinuierlich von dem Band abgelöst war und in ein Wasserbad eingeführt wurde, um das Lösungsmittel und das Salz zu entfernen, wurde es 3 Minuten bei 180 °C getrocknet.

[0176] Das erhaltene nicht gestreckte Filmlaminat wurde auf das 2,5fache in Längsrichtung bei 350 °C zwi-

schen Walzen mit niedriger und hoher Geschwindigkeit gezogen, auf einen Spannrahmen aufgebracht, auf das 3,0fache in Querrichtung bei 380 °C gezogen, um einen biaxial gestreckten Film zu erhalten, der dann der Wärmebehandlung bei 400 °C für eine Minute unterzogen wurde, um ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm zu erhalten.

[0177] In dem erhaltenen Filmlaminat waren die Teilchen des Neutralisationsmittels, das der Filmschicht B zugegeben wurde, vollständig gelöst, während die in der Filmschicht A einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 600 nm hatten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt.

Beispiele 25 bis 32

[0178] Filmlamine aus aromatischem Polyamid wurden unter den in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigten Bedingungen und gemäß Beispiel 24 hergestellt. Das Verhältnis der Gesamtmolzahl der beiden Diaminkomponenten zu der Molzahl des Terephthalsäuredichlorids wurde auf 1 : 1 eingestellt. Die physikalischen Eigenschaften der erhaltenen Filme und die charakteristischen Eigenschaften der Magnetbänder aus dem dünnen Metallfilm, die aus diesen Filmen hergestellt wurden, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt.

Vergleichsbeispiel 18

[0179] Die Film-bildende Ausgangslösung (B) aus Beispiel 24 wurde in zwei Portionen geteilt. Dann wurde eine Film-bildende Ausgangslösung (B) durch die Zugabe eines sphärischen Siliciumdioxids mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 600 nm zu einer der beiden Portionen der Lösung (B) gebildet, und es wurde ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4 µm auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 24 erhalten. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt. Da die enthaltenen Teilchen extern zugegebene Teilchen sind, wurden aufgrund der nicht vorhandenen Affinität der Teilchen für den Film Poren um die Teilchen gebildet, und führten dazu, daß Teilchen ausfielen, wobei häufige Ausfälle stattfanden.

Vergleichsbeispiel 19

[0180] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 24 erhalten, außer daß kein Strecken durchgeführt wurde. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt. Da das Strecken nicht durchgeführt wurde, wurden nicht genügend Vorsprünge gebildet, was zu einer schlechten Aufwickeleigenschaft führte. Die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale waren aufgrund des unzureichenden Youngschen Moduls ebenso schlecht.

Vergleichsbeispiel 20

[0181] Ein Filmlaminat aus aromatischem Polyamid mit einer endgültigen Dicke von 4,0 µm wurde erhalten, indem ein Laminat aus der Schicht A und der Schicht B auf dieselbe Art und Weise wie in Beispiel 24 unter Verwendung eines Neutralisierungsmittels, gezeigt in Tabelle 8, auf ein Metallband gegossen wurde, das Laminat wie in Beispiel 24 getrocknet wurde, bis es Selbsthalteigenschaften annahm, das Laminat ferner für 5 Minuten bei 180 °C getrocknet wurde, ohne das es mit Wasser behandelt wurde, und das Laminat gestreckt und das gestreckte Laminat wie in Beispiel 24 der Wärmebehandlung unterzogen wurde. Die physikalischen Eigenschaften des erhaltenen Filmlaminats und die charakteristischen Eigenschaften des Magnetbandes aus dem dünnen Metallfilm, das aus diesem Filmlaminat hergestellt wurde, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt. Da das Filmlaminat nicht mit Wasser behandelt wurde, verblieben Chlorionen, die schlechte Wärme- und Feuchtigkeitsstabilität verursachten.

Vergleichsbeispiel 21 und 22

[0182] Filmlamine aus aromatischem Polyamid wurden unter den in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigten Bedingungen und gemäß Beispiel 24 erhalten. Die physikalischen Eigenschaften der erhaltenen Filmlamine und die charakteristischen Eigenschaften der Magnetbänder aus dem dünnen Metallfilm, die aus diesen Filmlaminaten hergestellt wurden, werden in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt. In Vergleichsbeispiel 21 waren die

Lüftungseigenschaft des Filmlaminats und die Aufwickeleigenschaften des Filmlaminats und des Bandes beide schlecht, da die in der Schicht A enthaltenden Teilchen zu klein waren. In Vergleichsbeispiel 22 waren wiederum die elektromagnetischen Umwandlungsmerkmale des Bandes schlecht und es traten häufig Ausfälle auf, weil die Oberfläche der Schicht A zu rauh war.

Table 8

	DAPE/PPDA (mol-%)	Schicht A				Schichtdicke (μm)
		Neutralisations- mittelteilchen	Teilchendurchmesser z.Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach der Neutralisation (nm)	
Bsp. 24	25/25	Ca(OH) ₂	3.800	4,7	600	1,0
Bsp. 25	25/25	Ca(OH) ₂	800	5,0	200	1,0
Bsp. 26	25/25	CaCO ₃	6.000	4,8	700	0,3
Bsp. 27	25/25	CaCO ₃	700	4,9	150	3,0
Bsp. 28	25/25	Ca(OH) ₂	9.500	4,8	1.000	0,5
Bsp. 29	35/15	Ca(OH) ₂	1.100	5,2	300	2,0
Bsp. 30	15/35	Ca(OH) ₂	3.800	4,7	600	2,0
Bsp. 31	25/25	Ca(OH) ₂	3.800	4,7	600	1,5
Bsp. 32	25/25	CaCO ₃	2.500	4,8	400	1,5
Vgl.-bsp. 18	25/25	Ca(OH) ₂	800	3,7	extern zugegeb. SiO ₂ : 600 völlig gelöst	1,0
Vgl.-bsp. 19	25/25	Ca(OH) ₂	3.800	4,7	600	1,0
Vgl.-bsp. 20	25/25	Ca(OH) ₂	3.800	4,7	600	1,0
Vgl.-bsp. 21	25/25	CaCO ₃	260	4,8	30	1,0
Vgl.-bsp. 22	25/25	Ca(OH) ₂	1.800	5,9	600	1,0

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

DAPE: 3,4'-Diaminodiphenylether

PPDA: p-Phenylendiamin

Extern zugegebenes SiO₂: extern zugegebenes sphärisches Siliciumdioxid

Tabelle 8 (Fortsetzung)

	Schicht B					Filmdicke (μm)
	Neutralisations- mittelteilchen	Teilchendurchmesser z. Z. der Zugabe (nm)	pH	Teilchendurchmesser nach Neutralisation (nm)	Schichtdicke (μm)	
Bsp. 24	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	800	3,7	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Bsp. 25	CaCO_3	700	3,8	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Bsp. 26	LiOH	1.000	3,6	Teilchen völlig gelöst	2,7	3,0
Bsp. 27	LiOH	1.000	4,5	Teilchen völlig gelöst	2,0	5,0
Bsp. 28	LiOH	1.000	4,1	Teilchen völlig gelöst	6,5	7,0
Bsp. 29	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	700	3,9	Teilchen völlig gelöst	2,0	4,0
Bsp. 30	MgCO_3	500	4,1	Teilchen völlig gelöst	2,0	4,0
Bsp. 31	Li_2CO_3	1.000	4,0	Teilchen völlig gelöst	2,5	4,0
Bsp. 32	Li_2CO_3	1.000	4,0	Teilchen völlig gelöst	2,5	4,0
Vgl.-bsp. 18	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	800	3,7	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 19	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	800	3,7	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 20	LiOH	1.000	4,3	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 21	CaCO_3	700	4,0	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0
Vgl.-bsp. 22	Li_2CO_3	1.000	3,5	Teilchen völlig gelöst	3,0	4,0

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Tabelle 9

	Streckverhältnis- se in Längs- und Querrichtung	Flächenstreck- verhältnis	Youngsche Moduli in Längs- u. Querrich- tung (kg/mm ²)	Oberflächenrauigkeit Ra (nm)		Schicht A		Nachweis v. Halogenionen in Schicht B (ng/mm ²)
				Schicht A	Schicht B	Anzahl an Vorsprün- gen pro mm ²	Porenanteil	
Bsp. 24	2,5 x 3,0	7,50	2.500	8,0	0,9	5.500	1,07	0
Bsp. 25	2,8 x 2,8	7,84	2.800	5,0	0,7	95.000	1,03	0
Bsp. 26	3,0 x 2,5	7,50	2.500	6,5	0,6	400	1,09	0
Bsp. 27	2,0 x 3,0	6,00	2.300	4,8	1,1	96.000	1,01	0
Bsp. 28	2,5 x 2,5	6,25	2.400	10,4	0,7	160	1,10	0
Bsp. 29	2,5 x 3,0	7,50	2.400	12,5	0,8	73.000	1,02	0
Bsp. 30	2,5 x 3,0	7,50	2.700	8,5	1,1	6.300	1,08	0
Bsp. 31	2,5 x 3,0	7,50	2.400	8,2	1,0	6.300	1,05	0
Bsp. 32	2,5 x 3,5	8,75	2.600	6,2	0,9	12.600	1,04	0
Vgl.-bsp. 18	2,5 x 3,0	7,50	2.500	7,4	1,0	5.500	2,35	0
Vgl.-bsp. 19	1,0 x 1,0	1,00	1.100	3,1	0,7	unmöglich zu be- obachten	1,00	0
Vgl.-bsp. 20	2,5 x 3,0	7,50	2.500	7,7	0,8	5.500	1,07	X
Vgl.-bsp. 21	2,5 x 3,0	7,50	2.500	0,8	0,5	9.400	1,00	0
Vgl.-bsp. 22	2,5 x 3,0	7,50	2.500	25,5	10,2	63.000	1,08	0

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Bsp.: Beispiel

Tabelle 9 (Fortsetzung)

	Lüftungsindex (mmHg/h)	Aufwickel- eigenschaft	C/N (A) oder (B)	Ausfälle	Wärme- und Feuchtig- keitsstabilität	org. Lösungsmittel (ppm)
Bsp. 24	5,0	○	○	○	○	2
Bsp. 25	3,2	○	⊙	⊙	○	4
Bsp. 26	7,4	⊙	○	○	○	1
Bsp. 27	2,6	○	⊙	○	○	3
Bsp. 28	8,4	⊙	○	○	○	7
Bsp. 29	6,0	○	○	⊙	○	2
Bsp. 30	5,0	○	○	○	○	2
Bsp. 31	5,4	○	○	○	○	2
Bsp. 32	4,2	○	○	○	○	5
Vgl.-bsp. 18	6,6	○	○	X	○	2
Vgl.-bsp. 19	0,8	X	X	○	○	8
Vgl.-bsp. 20	5,6	○	○	○	X	800
Vgl.-bsp. 21	0,4	XX	⊙	⊙	○	2
Vgl.-bsp. 22	32,4	⊙	X	X	○	2

Bsp.: Beispiel

Vgl.-bsp.: Vergleichsbeispiel

Patentansprüche

1. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid, welches mindestens zwei biaxial gestreckte, aus einem aromatischen Polyamid gebildete Filme umfaßt, worin

(1) eine Filmschicht A, welche eine äußerste Oberflächenschicht auf einer Seite des Laminats ist, wobei die äußerste Oberflächenschicht Vorsprünge auf der äußersten Oberflächenschicht des Films A bildet, und welche anorganische Teilchen enthält, die aus Hydroxiden oder Carbonaten mindestens eines Metalls der Gruppen Ia und IIa des Periodensystems hergestellt sind, wobei die anorganischen Teilchen einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 80 bis 1.500 nm aufweisen und wobei die anorganischen Teilchen in der Polyamidfilmschicht als ein Rückstand eines Neutralisierungsmittels in einem Schritt des Polymerisierens eines aromatischen Polyamids enthalten sind, und wobei die äußerste Oberflächenschicht eine Oberflächenrauigkeit (Ra^A) von 1 bis 20 nm aufweist, und

(2) eine Filmschicht B, welche eine äußerste Oberflächenschicht gegenüber der Schicht A des Laminats ist, welche eine Oberflächenrauigkeit (Ra^B) von 0,1 bis 10 nm aufweist und welche im wesentlichen keine Teilchen enthält oder anorganische Teilchen enthält, die aus Hydroxiden oder Carbonaten mindestens eines Metalls der Gruppen Ia und IIa des Periodensystems hergestellt sind, wobei die anorganischen Teilchen einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 5 bis 600 nm aufweisen und wobei die anorganischen Teilchen in der Polyamidfilmschicht als ein Rückstand eines Neutralisierungsmittels in einem Schritt des Polymerisierens eines aromatischen Polyamids enthalten sind,

(3) die Oberflächenrauigkeit (Ra^B) der Filmschicht B um 1 nm oder mehr geringer als die Oberflächenrauigkeit (Ra^A) der Filmschicht A ist.

2. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Dichte der Vorsprünge auf der äußersten Schicht der Filmschicht A 1×10 bis 1×10^5 pro mm^2 beträgt.

3. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die äußerste Oberfläche der Schicht B Vorsprünge aufweist und wobei die Dichte der Vorsprünge auf der äußersten Oberfläche der Filmschicht B 1×10^2 bis 1×10^8 pro mm^2 beträgt.

4. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Filmschicht A die vorstehenden anorganischen Teilchen mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 90 bis 1.200 nm enthält und eine Oberflächenrauigkeit (Ra^A) von 2 bis 10 nm aufweist.

5. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die äußerste Oberfläche der Filmschicht B eine Oberflächenrauigkeit (Ra^B) von 0,1 bis 5 nm aufweist.

6. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Dichte der Vorsprünge auf der äu-

ßersten Oberfläche der Filmschicht A 5×10 bis 1×10^5 pro mm^2 beträgt.

7. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Gesamtsumme der Young'schen Module in Längs- und Querrichtungen 2.000 bis 4.500 kg/mm^2 beträgt.

8. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei der Lüftungsindex 1 mmHg/h oder mehr beträgt.

9. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Biegefestigkeit in einer Längsrichtung 3,0 bis 9,5 mg-mm beträgt.

10. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Reißfestigkeit in einer Längsrichtung 38 bis 100 kg/mm^2 beträgt.

11. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei der thermische Schrumpf bei 150°C in einer willkürlichen Richtung weniger als 1 % beträgt.

12. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei der Reibungskoeffizient 0,6 oder weniger beträgt.

13. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei der Halogenionengehalt in der Filmschicht B 50 ng/cm^2 oder weniger beträgt.

14. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei der Gehalt der organischen polaren Lösungsmittel in der Filmschicht B 50 ppm oder weniger beträgt.

15. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Dicke des Filmlaminats von 0,1 bis $20 \mu\text{m}$ beträgt.

16. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei das Verhältnis der Dicke der Filmschicht A zu derjenigen der Filmschicht B 1 : 9 bis 5 : 5 beträgt.

17. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei das aromatische Polyamid aromatische Kerne mit Para-Orientierung in einem Anteil von 50 bis 99,5% aller aromatischen Kerne enthält, welche die Hauptkette bilden.

18. Filmlaminat aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1, wobei das aromatische Polyamid Terephthalsäure als Säurekomponente und p-Phenylendiamin und 3,4'-Diaminodiphenylether als Diaminkomponenten umfaßt.

19. Magnetisches Aufzeichnungsmedium, welches eine magnetisches Aufzeichnungsmedium-Schicht aufweist, die auf der Oberfläche der Filmschicht B des Filmlaminats aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1 gebildet ist.

20. Magnetisches Aufzeichnungsmedium, welches eine beschichtete magnetisches Aufzeichnungsmedium-Schicht aufweist, die auf der Oberfläche der Filmschicht B des Filmlaminats aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1 gebildet ist.

21. Magnetisches Aufzeichnungsmedium, welches einen dünnen Metallfilm als magnetisches Aufzeichnungsmedium-Schicht aufweist, der auf der Oberfläche der Filmschicht B des Filmlaminats aus aromatischem Polyamid nach Anspruch 1 gebildet ist.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

FIG. 1

