

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6672819号
(P6672819)

(45) 発行日 令和2年3月25日(2020.3.25)

(24) 登録日 令和2年3月9日(2020.3.9)

(51) Int.Cl.	F 1
B 2 9 C 5 5/02 (2006.01)	B 2 9 C 5 5/02
B 3 2 B 2 7/36 (2006.01)	B 3 2 B 2 7/36
B 3 2 B 7/028 (2019.01)	B 3 2 B 7/028
C 0 8 J 5/18 (2006.01)	C 0 8 J 5/18 C F D
B 2 9 K 6 7/00 (2006.01)	B 2 9 K 6 7:00

請求項の数 5 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-6860 (P2016-6860)
(22) 出願日	平成28年1月18日 (2016.1.18)
(65) 公開番号	特開2017-127980 (P2017-127980A)
(43) 公開日	平成29年7月27日 (2017.7.27)
審査請求日	平成30年11月9日 (2018.11.9)

(73) 特許権者	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(72) 発明者	鈴木 維允 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(72) 発明者	浦 悠介 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(72) 発明者	東大路 順司 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

審査官 神田 和輝

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ポリエステルフィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

非晶性樹脂からなる透明導電基板の少なくとも一方の表面上、

非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合わせて用いるポリエステルフィルムであって、以下(1)～(3)を満たすポリエステルフィルムを積層した積層体。

(1) M D、T D 方向の 1 5 0 3 0 分熱処理後の熱収縮率が、いずれも - 0 . 3 % 以上 0 . 3 % 以下であること。

(2) 5 0 から 1 5 0 の線膨張係数が、M D、T D 方向の平均値で 3 5 p p m / 以上 6 0 p p m / 以下であること。

(3) フィルムヘイズが 2 . 0 % 以下であること。

10

【請求項 2】

前記ポリエステルフィルムが、M D 方向と T D 方向の 1 2 0 におけるヤング率の和が 1 . 0 G P a 以上 2 . 0 G P a 以下である請求項 1 に記載の積層体。

【請求項 3】

非晶性樹脂からなる透明導電基板の 5 0 から 1 5 0 の線膨張係数が、M D、T D 方向の平均値で 5 0 p p m / 以上 1 2 0 p p m / 以下である、請求項 1 または 2 に記載の積層体。

【請求項 4】

非晶性樹脂が、シクロオレフィンポリマー (C O P) 、シクロオレフィンコポリマー (C O C) 、ポリカーボネート (P C) より選ばれる少なくとも 1 種を含む請求項 1 ～ 3 のい

20

すれかに記載の積層体。

【請求項 5】

請求項 1 から 4 のいずれかに記載の積層体に、酸化インジウムスズ (ITO) からなる透明導電膜を設けた電極基板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合わせて加工したときの加工性、電極視認性に優れたポリエステルフィルムに関する。

【背景技術】

10

【0002】

ポリエステル樹脂、特にポリエチレンテレフタレート（以下 P E T と略すことがある）や、ポリエチレン 2, 6 - ナフタレンジカルボキシレート（以下 P E N を略すことがある）などは機械特性、熱特性、耐薬品性、電気特性、成形性に優れ、様々な用途に用いられている。そのポリエステルをフィルム化したポリエステルフィルム、中でも二軸配向ポリエステルフィルムは、その優れた機械的特性、加工性から、透明電極基板を加工工程中に傷つきなどから保護する工程フィルムとして使用されている。

【0003】

一般的に、ディスプレイなどで用いられる透明導電膜の製膜基板 (ITO (Indium Tin Oxide) 蒸着基板など) においては、ITO 膜の導電性を上げるために一定温度での基板のキュア工程が必要となる。この工程では、該基板を保護フィルムにも同時に熱がかかる。そのため、透明導電膜の製膜基板と保護フィルムの熱特性、とくに熱収縮率に差があると、透明導電膜の製膜基板の平面性が悪化したり、保護フィルムが剥がれて保護機能が低下する場合があるため、透明導電膜の製膜基板と保護フィルムの熱収縮率差は 0 % に近しい値をとることが好ましい。そのため、従来、透明導電膜の製膜基板には二軸配向した P E T フィルムが用いられていたため、保護フィルムに P E T フィルムを用いても問題が無い場合が多かった（特許文献 1）。

20

【0004】

しかしながら、近年では、ディスプレイの性能向上、薄膜化の観点から、透明導電膜の製膜基板に非晶性樹脂からなるフィルムが用いられる検討がなされている（特許文献 2、3）。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開 2015 - 174933 号公報

【特許文献 2】特開 2013 - 114344 号公報

【特許文献 3】特開 2014 - 112510 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

40

透明導電膜の製膜基板に二軸配向した P E T フィルムが用いられる場合、該基板の保護フィルムには二軸配向した P E T フィルムを用いると、透明導電膜の製膜基板と保護フィルムの熱収縮率差は 0 % に近しい値とできるため好適に使用することができる。しかしながら、透明導電膜の製膜基板に非晶性樹脂からなるシートが用いられる場合、非晶性樹脂からなるシートはキュア工程で加えられる温度領域の熱収縮率の値が 0 % に近しいため、二軸配向 P E T フィルムを保護フィルムとして用いると、透明導電膜の製膜基板と保護フィルムの熱収縮率に差が生じる。透明導電膜の製膜基板と保護フィルムの熱収縮率に差が生じると、透明導電膜の製膜基板の平面性が悪化したり、保護フィルムに剥がれが発生するという問題が発生する。

【0007】

50

本発明の課題は、かかる従来技術の背景に鑑み、透明導電膜の製膜基板などの用途に用いられる非晶性樹脂からなるフィルムに貼り合せて用いるフィルムとして好適に用いられる二軸配向ポリエスチルフィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するために、本発明は以下の構成をとる。すなわち、
[I] 非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合させて用いるポリエスチルフィルムであって、以下(1)～(3)を満たすポリエスチルフィルム。

(1) MD、TD方向の150～30分熱処理後の熱収縮率が、いずれも-0.3%以上0.3%以下であること。
10

(2) 50から150の線膨張係数が、MD、TD方向の平均値で35ppm/以上60ppm/以下であること。

(3) フィルムヘイズが2.0%以下であること。

[II] MD方向とTD方向の120におけるヤング率の和が1.0GPa以上2.0GPa以下である[I]に記載の非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合させて用いるポリエスチルフィルム。

[III] 非晶性樹脂からなる透明導電基板の少なくとも一方の表面に[I]または[II]に記載のポリエスチルフィルムを積層した積層体。

[IV] 非晶性樹脂からなる透明導電基板の50から150の線膨張係数が、MD、TD方向の平均値で50ppm/以上120ppm/以下である、[III]に記載の積層体。
20

[V] 非晶性樹脂が、シクロオレフィンポリマー(COP)、シクロオレフィンコポリマー(COC)、ポリカーボネート(PC)より選ばれる少なくとも1種を含む[III]または[IV]に記載の積層体。

[VI] 透明導電基板に設ける透明導電膜が酸化インジウムスズ(ITO)からなる[I]から[V]のいずれかに記載の積層体。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合させて加工したときの加工性、電極視認性が良好なポリエスチルフィルム、およびそれを用いた積層体が得られる。
30

【発明を実施するための形態】

【0010】

以下に具体例を挙げつつ、本発明について詳細に説明する。

本発明のポリエスチルフィルムは、機械特性の観点から、ポリエスチルフィルムであることが必要である。ここでいうポリエスチルは、ジカルボン酸構成成分とジオール構成成分を有してなるものである。なお、本明細書内において、構成成分とはポリエスチルを加水分解することで得ることが可能な最小単位のことを示す。本発明のポリエスチルフィルムは、機械特性の観点から、ポリエチレンテレフタレートまたはポリエチレンテレフタレートの共重合体からなることが好ましい。

【0011】

本発明の1つの態様は、フィルム幅方向(TD方向)と、それと直角をなす方向(MD方向)それぞれにおける、150～30分の熱処理後の熱収縮率が、いずれも-0.3%以上0.3%以下であり、また50から150の線膨張係数が、MD方向、TD方向の平均値で35ppm/以上60ppm/以下であり、フィルムヘイズが2.0%以下であるポリエスチルフィルムである。
40

【0012】

一般的に、透明導電膜は、室温よりも温度が高い状態で基板上に製膜され、その後室温よりも温度が高い状態でキュアする工程を経て、室温まで冷却される降温過程を経る。つまり、透明導電膜の製膜後に、該基板の平面性を保つことが、透明導電膜が欠損して導電性が損なわれることを防ぐために重要である。該基板の保護用フィルムも、該工程を経る
50

ことになる。つまり、該基板の平面性を良好に保つためには、室温からキュア工程が実施される温度近傍における該基板の保護用フィルムの熱収縮率を該基板に近しい値とすることが重要となる。

【0013】

近年になって透明導電膜の製膜基板として用いられるようになった非晶性樹脂の熱収縮率は、その樹脂のガラス転移温度(T_g)以下の温度であれば、ほぼ0%となることが一般的である。透明導電膜の製膜基板として用いられる非晶性樹脂は、透明性の観点から、シクロオレフィンポリマー(COP)、シクロオレフィンコポリマー(COC)、ポリカーボネート(PC)が好適に用いられる。これらの樹脂の T_g は、樹脂の分子量や分子構造に依るが、150以下であることが一般的である。そのため、非晶性樹脂からなる透明導電基板に貼り合せて用いる本発明のポリエスチルフィルムの熱収縮率は、上述の通り基板の平面性を良好に保つため、150~30分の熱処理後において、MD、TD方向いずれも-0.3%以上0.3%以下であることが必要である。-とは、膨張することを意味する。上述の範囲を超えて膨張または収縮する場合には、非晶性樹脂からなる透明導電基板と本発明のポリエスチルフィルムが剥がれで保護機能が低下したり、透明導電膜の製膜基板の平面性が悪化する。より好ましい熱収縮率は、-0.1%以上0.1%以下である。

10

【0014】

近年透明導電膜の製膜基板として用いられる非晶性樹脂からなるフィルムにおいて、50から150の熱膨張係数(CTE)は、非晶性樹脂の分子骨格にもよるが、50 ppm/以上120 ppm/以下であることが一般的である。CTEの値は、フィルムに熱をかけている際の、熱に対する寸法の応答性を表している。非晶性樹脂にポリエスチルフィルムを貼り合わせて積層体とし、該積層体に熱を加えた場合、積層体の平面性は、非晶性樹脂からなるフィルムに貼り合わせるポリエスチルフィルムのCTEに依るところが大きい。非晶性樹脂からなるフィルムに貼り合わせるポリエスチルフィルムのCTEが小さく、35 ppm/に満たない場合、該ポリエスチルフィルムは熱に対して応答性が悪く、積層体に熱をかけた場合、加熱中に非晶性樹脂のみ変形するため、貼り合わせた積層体にシワが入ってしまう。一方で、非晶性樹脂からなるフィルムに貼り合わせるポリエスチルフィルムのCTEが60 ppm/を超える場合、熱に対する応答性が高くなるため、加熱中にポリエスチルフィルム自体の寸法が変わりやすい。ポリエスチルフィルムは、様々な長さを持つ分子鎖の集合体であるため、分子鎖の長さによって熱に対する応答性が大きく異なるため、CTEが高い場合、フィルムの局所での熱に対する応答性の差異が大きくなる。そのため、CTEが高くなる場合には、ポリエスチルフィルムの平面性が損なわれる結果、非晶性樹脂からなるフィルムと貼り合わせた積層体として用いる場合、非晶性樹脂からなるフィルム自体の平面性も悪化したり、剥がれを生じる。すなわち、本発明のフィルムの50から150のCTEは、35 ppm/以上60 ppm/以下であることが必要である。

20

【0015】

また、本発明のポリエスチルフィルムのヘイズは、2.0%以下である必要がある。ヘイズの下限値は、理論上は0%である。本発明のポリエスチルフィルムのヘイズが2.0%を超える場合、非晶性樹脂からなる透明導電基板に透明電極を製膜した後に、その状態を視認できなくなるため、実用することができない。

30

【0016】

本発明のポリエスチルフィルムにおいて、MD方向とTD方向の120におけるヤング率の和が1.0 GPa以上2.0 GPa以下であることが好ましい。ヤング率の和が低い場合、温度がかかる環境下で変形を起こしやすく、フィルムの平面性が損なわれることがある。一方、ヤング率の和が高い場合には、フィルムが硬く、非晶性樹脂と貼り合わせた積層体として用いる場合に剥がれの要因となることがある。したがって、MD方向とTD方向の120におけるヤング率の和が1.0 GPa以上2.0 GPa以下とすることにより、平面性が良好で、かつ、非晶性樹脂からなる透明導電基板と貼り合せた際の剥が

40

50

れを抑制することができる。

【0017】

本発明のポリエステルフィルムの C T E 、熱収縮率を上述の範囲とする方法は、特に限定されるものではないが、例えば、本発明のポリエステルフィルムを構成するポリエステル樹脂の共重合量を、ジカルボン酸構成成分またはジオール構成成分に対して、5 m o l % 未満とし、後述する製膜条件で製膜する方法が好ましく用いられる。特に好ましくは0 m o l % (ジカルボン酸構成成分、ジオール構成成分が、それぞれ 1 種からなるポリエステル) である。

【0018】

また、本発明のポリエステルフィルムのヘイズを 2 . 0 % 以下とするためには、ポリエステルフィルムに含有する粒子の量を少なくしたり、粒子種を選択することにより達成することができる。粒子種としては、例えば、滑り性、搬送性を向上させるために添加される不活性粒子の場合、不活性粒子の屈折率は、1 . 5 以下であることが好ましい。不活性粒子の屈折率が 1 . 5 を超える場合、ポリエステルの屈折率と大きく異なるため、少量添加した場合でもヘイズが大きく上昇する場合がある。

【0019】

本発明のポリエステルフィルムを得る方法は、以下の方法をとることができる。

【0020】

まず、ポリエステル樹脂を押出機内で加熱溶融した後口金から吐出し、未延伸シートを得る。

(1) 溶融したポリエステルを口金から吐出して未延伸シートを作製する際に、表面温度 10 以上 40 以下に冷却されたドラム上で静電気により密着冷却固化し、未延伸シートを作製する。

(2) (1) で得られた未延伸シートを、下記 (i) 式を満たす温度 T_{1n} () にて、ポリエステルフィルムの長手方向 (M D) とフィルムの幅方向 (T D) に面積倍率 8 . 5 倍以上 15 . 0 倍以下に二軸延伸する。

$$(i) T_g () \leq T_{1n} () \leq T_g + 40 ()$$

T_g : ポリエステルフィルムを構成する樹脂のガラス転移温度 ()

(3) (2) で得られた二軸延伸ポリエステルフィルムを、下記 (ii) 式を満足する温度 (T_{h0} ()) で、1秒間以上 30 秒間以下の熱固定処理を行ない、均一に徐冷後、室温まで冷却することによって、ポリエステルフィルムを得る。

$$(ii) T_m - 40 () \leq T_{h0} () \leq T_m - 10 ()$$

T_m : ポリエステルフィルムを構成する樹脂の融点 ()

(1) を満たす条件によって未延伸シートを得ることにより実質的に非晶のポリエステルフィルムを得ることができ、(2) 以降の工程においてフィルムに配向を付与せしめ易くし、機械特性に良好なフィルムを得やすくすることができる。

(2) を満たす条件によって二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることにより、フィルムに適度な配向を付与せしめ、機械特性の良好なポリエステルフィルムとすることができる。

(ii) を満たす条件によって結晶配向を完了させることにより、配向が形成されたポリエステル分子鎖の構造が安定し、機械特性が良好なフィルムとすることができます。

【0021】

なお、(2) において、二軸延伸する方法としては、フィルムの長手方向 (M D) とフィルムの幅方向 (フィルムの長手方向に垂直な方向、 T D) の延伸とを分離して行う逐次二軸延伸方法、長手方向と幅方向の延伸を同時に行う同時二軸延伸方法のどちらを用いて行っても良い。また、延伸温度 (T_{1n} ()) が T_g () 未満である場合、延伸することが困難である。 T_{1n} () が $T_g + 40$ () を超える場合には、フィルム破れが頻発し、延伸によりフィルムを得ることができない場合がある。より好ましくは、 $T_g + 10$ () $\leq T_{1n} () \leq T_g + 30$ () である。

【0022】

10

20

30

40

50

(3)の工程において、熱固定処理を行う温度にて、MD、TD方向とも弛緩処理を行うことが重要である。弛緩処理における弛緩率R×H(%)は、MD方向、TD方向それぞれの弛緩率の平均値で求め、1%以上8%以下であることが好ましい。

【0023】

(3)の熱固定処理は、ポリエステルフィルムの配向が形成される工程である。ここで、ポリエステルフィルムの配向が高いほど、ポリエステルフィルムを構成する分子鎖が規則正しく並び、分子鎖同士の相互作用が強くなるため、加熱した場合の熱に対する応答性が小さくなり、CTEが小さくなることになる。該工程において、平面性を損なわない範囲、すなわち1%以上8%以下の割合で弛緩処理を行うことで、分子鎖が過度に規則正しく並ぶことを防ぎ、ポリエステルフィルムのCTEを35ppm/以上とすることがで10きる。弛緩率が8%を超える場合は、平面性が損なわれるだけで無く、CTEが60ppmを超えることになる。

Th0が、Tm-10を超える場合、延伸によって付与したフィルムの配向が崩れ、平面性が悪くなる場合がある。Th0がTm-30を下回る場合、適切な配向を付与することができない。

【0024】

本発明のフィルムは、熱収縮率を適正な範囲とするため、以下(4)の工程を経ることが重要となる。

【0025】

(4)(3)の工程で得られたフィルムを、下記(iv)式を満たす熱処理温度Th1()にて、70秒以上600秒以下の時間で、アニールする。当該アニール処理を行う方法としては、フィルム巻きだしロールとフィルム巻き取りロールの間に設置されたオーブンでフィルムを熱処理する(オファニール)方法が挙げられる。

(iv) 180 Th1() Th0(熱固定温度)()

該工程では、冷却後に熱を与えるため、平面性を損なわないまま(2)(3)の工程、すなわち延伸、配向付与によって分子鎖に蓄えられたひずみを解消することができ、フィルムの熱収縮、熱膨張を低減することが可能となる。Th1()がTh0(熱固定温度)()を超える場合、(4)の工程において、(3)の工程で固定化されたフィルム内の分子鎖の構造が破壊される結果、フィルムが大きく収縮することとなり、平面性が悪化する場合がある。一方、Th1()が180を下回る場合、150での熱収縮率を30好ましい範囲とすることのできない場合がある。

【0026】

本発明のフィルムの厚みは、30μm以上150μm以下であることが好ましい。30μmに満たないと、保護フィルムとして用いた場合に破れが発生しやすく、150μmを超える場合は、ハンドリング性に劣る。より好ましくは、50μm以上100μm以下である。

【0027】

本発明のポリエステルフィルムを用い、非晶性樹脂からなるフィルムの少なくとも片面に該ポリエステルフィルムを貼り合わせた積層体を用いることで、透明性、導電性が良好な透明電極基板を作成することが可能となる。非晶性樹脂は、上述の通り、透明性の観点から、COP、COC、PCからなる群より選択される。透明導電基板に設ける透明導電膜は、酸化インジウムスズ(ITO)を用いることが好ましい。ITOを蒸着し、透明電極基板を得るために、搬送工程、導電性を付与するために100以上の温度をかけるキュア工程が必要となる。該工程において本発明のポリエステルフィルムを用いた積層体を用いることで、搬送工程で非晶性樹脂からなるフィルムにキズが入るのを防ぎ、透明性が悪化するのを防ぐことができる。また、ITOの蒸着、キュア工程において、積層体に熱がかかる状況下においても、非晶性樹脂からなるフィルムの平面性を損なうことが無いため、透明性、導電性が良好な透明電極基板を作成することが可能となるのである。

【0028】

[特性の評価方法]

10

20

30

40

50

A. フィルムの融点 (T_m) ()

試料を、JIS K 7121(1999)に基づいた方法により、セイコー電子工業(株)製示差走査熱量測定装置“ロボットDSC-RDC220”を、データ解析にはディスクセッション“SSC/5200”を用いて、下記の要領にて、測定を実施する。サンプルパンに試料を5mgずつ秤量し、試料を25から300まで20/分の昇温速度で加熱し(1st RUN)、その状態で5分間保持し、次いで25以下となるよう急冷する。直ちに引き続いて、再度25から20/分の昇温速度で300まで昇温を行って測定を行い、2nd RUNの示差走査熱量測定チャート(縦軸を熱エネルギー、横軸を温度とする)を得る。当該2nd RUNの示差走査熱量測定チャートにおいて、吸熱ピークである結晶融解ピークにおけるピークトップの温度を求め、これを融点()とする。2以上の結晶融解ピークが観測される場合は、最もピーク面積の大きいピークトップの温度を融点とする。
10

【0029】

B. フィルムのガラス転移温度 (T_g) ()

JIS K 7121(1999)に準じて、セイコー電子工業(株)製示差走査熱量測定装置“ロボットDSC-RDC220”を、データ解析にはディスクセッション“SSC/5200”を用いて、下記の要領にて、測定を実施する。

【0030】

サンプルパンに試料を5mg秤量し、試料を25から300まで20/分の昇温速度で加熱し(1st RUN)、その状態で5分間保持し、次いで25以下となるよう急冷する。直ちに引き続いて、再度25から20/分の昇温速度で300まで昇温を行って測定を行い、2nd RUNの示差走査熱量測定チャート(縦軸を熱エネルギー、横軸を温度とする)を得る。当該2nd RUNの示差走査熱量測定チャートにおいて、ガラス転移の階段状の変化部分において、各ベースラインの延長した直線から縦軸方向に等距離にある直線とガラス転移の階段状の変化部分の曲線とが交わる点から求める。2以上のガラス転移の階段状の変化部分が観測される場合は、それぞれについて、ガラス転移温度を求め、それらの温度を平均した値を試料のガラス転移温度(T_g)()とする。
20

【0031】

C. フィルムの熱収縮率(%)

JIS C 2318(1997)に準じて、フィルムの熱収縮率を測定する。フィルムを幅10mm、長さ150mmの短冊状に切り出す。測長部分がおよそ100mmになるようにフィルムに標線をつけて標線の長さを23の条件下にて測定し、L₀とする。その後、所定の温度(150)に熱した熱風オープン内に2gのおもりをつけてフィルムを吊し、30分間放置する。フィルムをオープンから取りだして23まで冷却した後、標線の長さを測定し、L₁とする。下記(vi)式によりフィルムの収縮率を求める。測定は、フィルム長手方向またはフィルム幅方向が150mmの長さになるようにランダムに5箇所切り出して測定する。長手方向、幅方向それぞれに平均値を算出し、フィルムの熱収縮率とする。
30

$$(vi) (\text{フィルム熱収縮率}) = (L_0 - L_1) / L_0 \times 100$$

D. フィルムの厚み(μm)

フィルム厚みは、ダイヤルゲージを用い、JIS K 7130(1992年)A-2法に準じて、フィルムを10枚重ねた状態で任意の5ヶ所について厚さを測定した。その平均値を10で除してフィルム厚みとした。
40

【0032】

E. 50から150までの線膨張係数(CTE)(ppm/)

JIS K 7197(1991)に準じて、熱機械測定装置TMA/SS6000(セイコーインスツルメンツ社製)を用い、試料幅4mmとして、試料長さ(チャック間距離)20mmのサンプルに対し、荷重3gを負荷する。室温から160まで昇温速度10/分で昇温させ、10分間保持し、その後、20まで10/分で降温させ、各温度()における試料の寸法の値を得る。150における試料の寸法L(150)(mm)
50

)と、50における試料の寸法L(50)(mm)から、下記(v)式から算出する。なお、熱膨張係数は、フィルム幅方向(TD)およびそれに直交する方向(MD)それについて、n=5で実施し、その平均値として算出する。

$$(v) CTE (ppm/\text{°C}) = 10^6 \times (L(150) - L(50)) / \{ 20 \times (150 - 50) \}$$

F. ヘイズ(%)

フィルムを1辺10cmの正方形に切り出し、日本電色(株)製ヘイズメーターNDH-5000を用い、ランダムに3カ所のヘイズを測定して平均値を算出する。

G. 透明導電基板との貼り合わせ

本発明のフィルムを20cm×20cmの大きさに切り出し、透明導電基板を構成する非晶性樹脂からなるフィルムと貼り合わせ、積層体を得る。貼り合わせにはリンテック(株)製粘着シートMO-3006を用いる。該積層体を130のオープン内に入れ、1時間静置した後、オープンの温度を20/分の速度で室温まで冷却した。その後、積層体を観察し、3cm以上の長さを持つシワの数を計測し、以下のように判定する。

【0033】

4本未満；A

4本以上9本以下；B

10本以上；C

Aが最も優れ、Cが最も劣る。

【0034】

H. 120のヤング率(GPa)

フィルムを1cm×15cmの大きさに、長辺がフィルムのMD・TDに平行となるようにそれぞれ切り出し、ASTM-D882(1997)に基づいて、チャック間5cm、引っ張り速度300mm/分にて引っ張ったときのヤング率を求める。MD、TD方向それぞれn5の平均値とし、MD方向とTD方向のヤング率を算出した後、それらの平均値を求める。

【0035】

I. 電極視認性

上記G.項の積層体にITO電極基板を蒸着した後、本発明のフィルム側から積層体を観察し、電極の形状が認識できれば視認性A、認識できなければ視認性Bとする。Aが最も優れ、Bが劣る。

【0036】

J. 積層体の評価

上記G.項が評価B以上、かつ上記I.項がAの積層体が、評価A、それ以外を評価Bとする。評価Aが積層体として優れる。

【0037】

なお、上記の測定において、測定するフィルムの長手方向や幅方向が分からぬ場合は、フィルムにおいて最大の屈折率を有する方向を長手方向、長手方向に直行する方向を幅方向とみなす。また、フィルムにおける最大の屈折率の方向は、フィルムの全ての方向の屈折率を屈折率計で測定して求めてよく、位相差測定装置(複屈折測定装置)などにより遅相軸方向を決定することで求めてよい。

【実施例】

【0038】

以下、本発明について実施例を挙げて説明するが、本発明は必ずしもこれらに限定されるものではない。

[PET-Aの製造] テレフタル酸およびエチレングリコールから、三酸化アンチモンを触媒として、常法により重合を行い、溶融重合PETを得た。得られた溶融重合PETのガラス転移温度は80、融点は255、固有粘度は0.62であった。

[PET-Bの製造] テレフタル酸、イソフタル酸およびエチレングリコールから、三酸化アンチモンを触媒として、イソフタル酸共重合量がジガルボン酸成分全量に対して5m

10

20

30

40

50

○ 1 %となるように常法により重合を行い、共重合 PETを得た。得られた共重合 PETのガラス転移温度は 77 、融点は 243 、固有粘度は 0.62 であった。

[PET - C の製造] テレフタル酸、イソフタル酸およびエチレングリコールから、三酸化アンチモンを触媒として、イソフタル酸共重合量がジガルボン酸成分全量に対して 10 mol %となるように常法により重合を行い、共重合 PETを得た。得られた共重合 PETのガラス転移温度は 76 、融点は 235 、固有粘度は 0.62 であった。

[PET - D の製造] テレフタル酸、イソフタル酸およびエチレングリコールから、三酸化アンチモンを触媒として、イソフタル酸共重合量がジガルボン酸成分全量に対して 15 mol %となるように常法により重合を行い、共重合 PETを得た。得られた共重合 PETのガラス転移温度は 74 、融点は 230 、固有粘度は 0.62 であった。

[PET - F の製造] PET - A を製造する際、平均粒径 0.8 μm の炭酸カルシウム粒子（屈折率 1.6 ）を 5000 ppm 添加し、PET - F を得た。

[PET - G の製造] PET - A を製造する際、平均粒径 0.2 μm の二酸化チタン（屈折率 2.5 ）の添加量が、二酸化チタンを含むポリエステル組成物全体に対して 5 質量 %となるように添加し、PET - G を得た。

【 0039 】

（実施例 1 ）

PET - A を、 160 で 2 時間真空乾燥した後押出機に投入し、押出機内で溶融させ、表面温度 25 のキャスティングドラム上に押し出し、未延伸シートを作製した。続いて該シートを加熱したロール群で予熱した後、 90 の温度で幅方向に直角な方向（ MD 方向）に 3.2 倍延伸を行った後、 25 の温度のロール群で冷却して一軸延伸フィルムを得た。得られた一軸延伸フィルムの両端をクリップで把持しながらテンター内の 100 の温度の加熱ゾーンでフィルム幅方向（ TD 方向）に 3.5 倍延伸した。さらに引き続いて、テンター内の熱処理ゾーンで 235 の温度で 10 秒間の熱固定を施し、さらに 2 %の弛緩率で MD 、 TD 方向とも弛緩処理を行った。次いで、冷却ゾーンで均一に徐冷後、巻き取って、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。さらに、得られたフィルムをフィルム巻きだしロールとフィルム巻き取りロールの間に設置された熱風オーブンにて、 200 の温度にて、フィルムが熱処理される時間が 5 分となるようにアニール処理を施し、厚さ 50 μm のフィルムを得た。得られたポリエステルフィルムの特性を表に示す。 CTE は MD 方向、 TD 方向の平均値で 35 ppm / 以上 50 ppm / 以下であり、 150 の熱収縮率は MD 方向 TD 方向とも 0.5 % 以下であり、ヘイズも 2.0 % 以下であった。このフィルムを COP と貼り合わせて積層体とした場合にも、積層体として良好なものであった。

【 0040 】

（実施例 2 - 7 、比較例 1 - 6 ）

フィルムを構成する樹脂、製膜条件を表の通りに変えた以外は、実施例 1 と同様にしてポリエステルフィルムを得た。ポリエステルフィルムの特性を表に示す。実施例 2 から 7 では、熱収縮率、 CTE 、ヘイズが好適な範囲にあり、非晶性樹脂からなるフィルムと貼り合わせ積層体とした場合でも、積層体として良好なものであった。比較例 1 、 4 、 5 では、熱固定処理工程での弛緩処理が無いため、 CTE が低い。比較例 2 では、用いる樹脂の共重合量が多いため熱収縮率が大きく、また比較例 6 では熱収縮率、 CTE とも大きい。比較例 3 では、フィルムに含有される無機粒子の屈折率が大きいため、フィルムヘイズが高い。比較例で得られたフィルムを非晶性樹脂からなるフィルムと貼り合わせて積層体とした場合、非晶性樹脂からなるフィルムと比較例のフィルムの間にシワが生じたり、視認性が悪くなり、積層体として劣るものであった。

【 0041 】

【表1】

	実施例 1 P E T - A	実施例 2 P E T - A		実施例 3 P E T - A		実施例 4 P E T - B		実施例 5 P E T - A		実施例 6 P E T - A		実施例 7 P E T - A	
		P E T	A	P E T	A	P E T	B	P E T	A	P E T	A	P E T	B
ポリエチテルフィルム	フィルムを構成する樹脂全体に対する樹脂1の量(質量%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	フィルムを構成する樹脂2の量(質量%)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	フィルムを構成する樹脂全体に対する樹脂2の量(質量%)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	フィルムの層構成	単膜	単膜										
	フィルムを構成する樹脂中、共重合成分	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	フィルムを構成する樹脂中、共重合成分の量(mo l %)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	厚み(μm)	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
延伸・熱処理条件	長手方向延伸倍率(倍)	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2	3. 2
	長手方向延伸温度T11(°C)	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90
	幅方向延伸倍率(倍)	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5	3. 5
	幅方向延伸温度T12(°C)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	熱処理温度H1(°C)	230	230	230	230	230	230	230	230	230	230	230	230
	熱固定処理工程での弛緩率R×H(%)	2	3	4	4	4	4	4	4	2	2	2	2
	熱処理温度H2(°C)	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200	200

【0042】

【表2】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
ポリエスチルフィルムの物理性	50°C-150°C CTE (ppm/°C)	MD方向 TD方向 平均値	4.0 4.5 4.2.5	5.0 5.0 5.0	5.7 6.3 6.0	5.5 5.9 5.7	4.0 4.5 4.2.5	4.0 4.5 4.2.5
150°C 30分熱収縮率(%)	MD方向 TD方向 ヘイズ	0.3 0.1 1.5	0.0 0.0 1.5	-0.1 -0.3 1.5	0.3 0.3 1.5	0.3 0.1 1.5	0.3 0.1 1.5	0.3 0.1 1.5
120°Cヤング率(GPa)	MD方向、TD方向の和	1.5	1.5	1.5	0.9	1.5	1.5	1.5
積層体	透明導電基板を構成する非晶性樹脂	COP	COP	COP	COP	COP	COP	PC
	透明導電基板の厚み(μm)	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
	透明導電基板を構成する非晶性樹脂シートの50-150°C CTE (ppm/°C)	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	8.0	10.0
	透明導電基板とのシワの和(本) 貼り合わせ評価	3	3	4	5	3	3	3
電極視認性		A	A	A	B	A	A	A
積層体としての評価		A	A	A	A	A	A	A

【0043】

【表3】

ポリエチルフィルム	比較例1		比較例2		比較例3		比較例4		比較例5		比較例6	
	PET-A	PET-C	PET-C	PET-G	PET-F	PET-A	PET-F	PET-A	PET-A	PET-D	PET-A	PET-D
フィルムを構成する樹脂1 樹脂全体に対する量(質量%)	100	100	100	98	100	100	98	100	100	100	100	100
フィルムを構成する樹脂2 樹脂全体に対する量(質量%)	—	—	—	—	—	PET-A	—	—	—	—	—	—
フィルムを構成する樹脂2 樹脂全体に対する量(質量%)	—	—	—	—	—	2	—	—	—	—	—	—
フィルムの層構成	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜	単膜
フィルムを構成する樹脂中、共重合成分 樹脂中、共重合成分の量 (mo %)	—	イソフタル酸	—	—	—	—	—	—	—	—	イソフタル酸	—
厚み(μm)	100	50	50	125	100	100	100	100	100	100	100	100
長手方向延伸倍率(倍)	3.1	3.2	3.5	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.2
長手方向延伸温度T11(°C)	88	90	90	85	75	75	75	75	75	75	75	90
幅方向延伸倍率(倍)	3.8	3.5	3.5	4.3	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	3.5
幅方向延伸温度T12(°C)	90	100	90	120	120	120	120	120	120	120	120	100
熱処理温度H1(°C)	190	230	200	228	235	235	235	235	235	235	235	230
弛緩率R×H(%)	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3
熱処理温度H2(°C)	180	200	165	—	220	200	200	200	200	200	200	200

【0044】

【表4】

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
ポリエスチルフィルムの物性 50°C-150°C CTE (ppm/°C)	MD方向	2.7	5.8	3.9	2.7	2.5	7.0
	TD方向	2.7	6.2	3.8	2.3	3.0	8.0
	平均値	2.7	6.0	3.8.5	2.5	2.7.5	7.5
150°C 30分 熱収縮率 (%)	MD方向	0.0	0.5	0.3	1.2	0.0	0.9
	TD方向	0.0	0.7	0.1	1.5	0.0	1.0
	ヘイズ	1.5	1.5	1.5	7.8	1.5	1.5
120°Cヤング率 (GPa)	MD方向、TD方向の和	1.5	0.6	1.5	1.5	1.5	0.3
透明導電基板を構成する非晶性樹脂		COP	COP	COP	COP	COP	COP
透明導電基板の厚み (μm)		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
透明導電基板を構成する非晶性樹脂シートの 50-150°C CTE (ppm/°C)		6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
積層体 透明導電基板との 貼り合わせ	シワの和 (本) 評価	8	10	3	15	10	15
	電極視認性	C	C	C	C	C	C
	積層体としての評価	A	A	B	C	A	A
		B	B	B	B	B	B

【表4】

【産業上の利用可能性】

【0045】

本発明によれば、機械特性に優れ、加工性が良好なポリエスチルフィルム、およびそれを用いた積層体が得られる。また、透明性に優れることから、特に透明導電膜製膜に用いられる非晶性樹脂からなるフィルムの保護フィルムの用途として好適に用いることができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 2 9 L 7/00 (2006.01) B 2 9 L 7:00

(56)参考文献 特表2012-502133 (JP, A)
国際公開第2016/199675 (WO, A1)
特開2004-035720 (JP, A)
特開2000-108241 (JP, A)
特開2014-208469 (JP, A)
特開2008-307888 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 9 C 55/00 - 55/30
B 3 2 B 1/00 - 43/00
C 0 8 J 5/18
B 2 9 K 67/00
B 2 9 L 7/00