

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5298564号
(P5298564)

(45) 発行日 平成25年9月25日 (2013.9.25)

(24) 登録日 平成25年6月28日 (2013.6.28)

(51) Int. Cl.	F 1	
B 3 2 B 27/36	(2006.01)	B 3 2 B 27/36
B 3 2 B 27/34	(2006.01)	B 3 2 B 27/34
B 3 2 B 15/09	(2006.01)	B 3 2 B 15/08 1 0 4 Z
G 1 1 B 5/73	(2006.01)	G 1 1 B 5/73

請求項の数 5 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2008-41114 (P2008-41114)	(73) 特許権者	000003159
(22) 出願日	平成20年2月22日 (2008.2.22)		東レ株式会社
(65) 公開番号	特開2009-196235 (P2009-196235A)		東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(43) 公開日	平成21年9月3日 (2009.9.3)	(72) 発明者	小林 淳
審査請求日	平成23年2月18日 (2011.2.18)		静岡県三島市4845番地 東レ株式会社 三島工場内
		(72) 発明者	西垣 泰男
			静岡県三島市4845番地 東レ株式会社 三島工場内
		審査官	斎藤 克也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二軸配向ポリエステルフィルムおよび金属蒸着ポリエステルフィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

2層以上の層構成を有し、厚み方向における中心から一方の表面A側までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWAとし、厚み方向における中心から他方の表面B側までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWBとしたとき、WAおよびWBがともに0~5wt%であり、かつ、WB-WAの値が0.1~1.1wt%であり、前記耐熱性熱可塑性樹脂は用いるポリエステルのガラス転移温度(Tg)よりも高いTgを有している二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 2】

耐熱性熱可塑性樹脂がポリイミド系樹脂(ポリエーテルイミドを含む)、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアミドイミド、ポリエーテルエーテルケトンまたはポリアリレートである、請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 3】

耐熱性熱可塑性樹脂がポリエーテルイミドである、請求項2に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 4】

磁気記録媒体用支持体として用いる、請求項1~3のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 5】

請求項1~4のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルムの少なくとも片面に金属

蒸着を施した金属蒸着ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気記録材料、電子材料、製版フィルム、昇華型リボン、包装材料、金属蒸着用として用いた時に有用で、特に高容量の磁気記録媒体用支持体として用いた場合に有用な二軸配向ポリエステルフィルムおよび金属蒸着ポリエステルフィルムに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、デ-タストレージやデジタルビデオテープ用などの磁気記録媒体においては、高密度化、高容量化が進んでいる。例えば、LTO (Linear Tape Open) やSDLT (Super Digital Linear Tape) などのリニア記録方式の磁気記録媒体では、1巻で500GB以上の高容量を有するものが開発されている。

10

【0003】

高容量化のために、延伸倍率アップによるベースフィルムの高強度化、テープ幅方向の温度膨張係数や湿度膨張係数の最適化、添加粒子の小径化等これまで数多くの検討がなされてきた。しかし、これらの技術を用いても1巻で500GB以上の高容量を有する磁気記録媒体用としては十分な特性が得られなかった。

【0004】

20

これらの磁気記録媒体においては、媒体表面がヘッドに当たりやすいように、フィルムを熱処理(特許文献1)したり、磁性層及びバックバックコート層の構成成分を制御(特許文献2)して磁気記録表面を凸に制御することが一般的に行われている。しかし、フィルムに熱処理を施す場合、工程が増えるためにシワなどにより収率が下がる場合があり、また構成成分を制御する場合、構成成分の厚みによってカップングが変化するなどの課題があった。

【特許文献1】特開2001-325723号公報

【特許文献2】特開2005-259287号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0005】

本発明の目的は、カップング、特に磁気記録媒体用支持体として必要なカップングを有する二軸配向ポリエステルフィルムおよび金属蒸着ポリエステルフィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的を達成するための本発明は、2層以上の層構成を有し、厚み方向における中心から一方の表面A側までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWAとし、厚み方向における中心から他方の表面B側までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWBとしたとき、WAおよびWBがともに0~5wt%であり、かつ、WB-WAの値が0.1~1.1wt%であり、前記耐熱性熱可塑性樹脂は用いるポリエステルのガラス転移温度(Tg)よりも高いTgを有している二軸配向ポリエステルフィルムであることを特徴とする。

40

【発明の効果】

【0007】

本発明により、カップング、特に磁気記録媒体用支持体として必要なカップングを有する二軸配向ポリエステルフィルムおよび金属蒸着ポリエステルフィルムを提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

50

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステルを含む層を少なくとも2層含む層構成を有している。また、フィルムの厚み方向において、その中心（中央の位置）から一方の表面A側までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWAとし、前記中心から他方の表面B（表面Aの反対側の面）までの部分に含まれる耐熱性熱可塑性樹脂の含有量をWBとしたとき、WAおよびWBがいずれも0～5wt%であり、かつ、WB-WAが0.1～3.0wt%である。

【0009】

WAは、好ましくは0～4wt%、より好ましくは0～3wt%である。WBは、好ましくは0.2～4.5wt%、更に好ましくは0.5～4.0wt%である。WA及びWBが5wt%よりも大きいと、製膜性が不安定となる傾向がある。また、WB-WAは好ましくは0.2～2.5wt%、更に好ましくは0.5～2.0wt%である。WB-WAが0.1wt%よりも小さいとカップリングの効果が得られにくく、3.0wt%よりも大きいとカップリングが大きくなり過ぎ、逆にヘッド当たりが不均一になる傾向がある。

10

【0010】

本発明に用いることができるポリエステルとしては、分子配向により高強度フィルムとなるポリエステルであれば特に限定しないが、ポリエチレンテレフタレートや、ポリエチレン-2,6-ナフタレートを構成成分とすることが好ましい。エチレンテレフタレート以外のポリエステル共重合体成分としては、例えばジエチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、ポリエチレングリコール、p-キシリレングリコール、1,4-シクロヘキサジメタノールなどのジオール成分、アジピン酸、セバシン酸、フタル酸、イソフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸などのジカルボン成分、トリメリット酸、ピロメリット酸などの多官能ジカルボン酸成分、p-オキシエトキシ安息香酸などが使用できる。

20

【0011】

本発明における耐熱性熱可塑性樹脂とは、用いるポリエステルのガラス転移温度(Tg)よりも高いTgを有する熱可塑性樹脂を意味し、熔融成形性及びポリエステルとの相溶性を備えた熱可塑性樹脂であれば用いることができる。具体的には、例えば、ポリイミド系樹脂（ポリエーテルイミドを含む）、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアミドイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリアリレートが例示される。この中でも、ポリエステルとの親和性及び熔融成形性の観点から、ポリイミド系樹脂、特にポリエーテルイミドが好ましい。

30

【0012】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは上述したように、2層以上の積層構成を有している。これは、カップリングの制御に不可欠であると共に、磁気記録媒体用支持体として用いたときに、一方の表面には優れた電磁変換特性を得るための平滑さを、他方の表面には製膜・加工工程での優れた搬送性を付与するための適度な粗さを両立せしめることが容易になるからである。

【0013】

表面Aは磁気記録媒体用支持体として用いる場合に、磁性層を設ける側の表面とすることが好ましく、反対側の表面Bはバックコート層などを設ける走行面側の表面とすることが好ましい。

40

【0014】

表面A側に磁性層を設ける場合、ポリエステルフィルムの表面粗さSRaは0.5～10nmであることが好ましい。表面AのSRaが0.5nmより小さい場合は、フィルム製造、加工工程などで、搬送ロールなどとの摩擦係数が大きくなり、工程トラブルを起こすことがある。また、SRaが10nmより大きい場合は、高密度記録の磁気テープとして用いる場合に、電磁変換特性が低下させることがある。表面A側に磁性層を設ける場合、SRaの下限は、より好ましくは1nm、さらに好ましくは2nmであり、上限は9nm、さらに好ましくは8nmである。より好ましい範囲としては、1～9nm、さらに好ましい範囲としては、2～8nmである。

50

【0015】

一方、表面B側にバックコート層を設ける場合、その表面粗さSRaは2～30nmであることが好ましい。表面BのSRaが2nmより小さい場合は、搬送ロールなどとの摩擦係数が大きくなり、工程トラブルを起こすことがある。また、SRaが30nmより大きい場合は、フィルムロールやパンケーキとして保管する際に、表面突起が反対側の表面に転写し、電磁変換特性が低下することがある。表面B側にバックコート層を設ける場合、SRaの下限は、より好ましくは3nm、さらに好ましくは4nmであり、上限は20nm、さらに好ましくは15nmである。より好ましい範囲としては、3～20nm、さらに好ましい範囲としては4～15nmである。

【0016】

SRaを上記範囲内とするためには、層内に不活性粒子を添加することが好ましく、本発明において表面Aを構成する層Aに不活性粒子Iを用いる場合、その平均粒径dIは好ましくは0.04～0.30μm、より好ましくは0.05～0.15μmであり、含有量は好ましくは0.001～0.30質量%、より好ましくは0.01～0.25質量%である。磁気記録用媒体支持体においては平均粒径が0.30μmよりも大きな粒子を用いると電磁変換特性が悪化する場合がある。一般に平均粒径および添加量を小さくするほどSRaは小さくなり、平均粒径および添加量を大きくするほどSRaは大きくなる。

【0017】

表面Bを構成する層Bに粒子を含有せしめる場合、その粒子は1種類であっても2種類以上であってもよい。層Bに含有せしめる最も粒径の大きい不活性粒子を不活性粒子IIとしたとき、その平均粒径dIIは、好ましくは0.1～1.0μm、より好ましくは0.4～0.9μm、含有量は好ましくは0.002～0.10質量%、より好ましくは0.005～0.05質量%であり、さらに不活性粒子IIIを含有せしめる場合、その平均粒径dIIIはdIIよりも小さく、dIIIの範囲は、好ましくは0.05～0.5μm、より好ましくは0.2～0.4μmであり、含有量は好ましくは0.1～1.0質量%、より好ましくは0.2～0.4質量%である。

【0018】

上述したように層Aおよび層Bはそれぞれ表面Aおよび表面Bを構成する最外層となるが、それら2層の間に層Cや層Dを有する、3層、4層の構成であってもよい。

【0019】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムに含まれる不活性粒子は、球状シリカ、ケイ酸アルミニウム、二酸化チタン、炭酸カルシウムなどの無機粒子、またその他有機系高分子粒子としては、架橋ポリスチレン樹脂粒子、架橋シリコン樹脂粒子、架橋アクリル樹脂粒子、架橋スチレン-アクリル樹脂粒子、架橋ポリエステル粒子、ポリイミド粒子、メラミン樹脂粒子等が好ましい。これらの1種もしくは2種以上を選択して用いることができる。

【0020】

不活性粒子は、粒子形状・粒子分布は均一なものが好ましく、体積形状係数は好ましくは $f = 0.3 \sim \sqrt{6}$ であり、より好ましくは $f = 0.4 \sim \sqrt{6}$ である。体積形状係数fは、次式で表される。

【0021】

$$f = V / Dm^3$$

ここでVは粒子体積(μm³)、Dmは粒子の投影面における最大径(μm)である。

【0022】

なお、体積形状係数fは粒子が球の時、最大の $\sqrt{6}$ (=0.52)となる。必要に応じて粗大粒子や介在物を除去するため、濾過などを行うことが好ましい。中でも、球状シリカは単分散性に優れ、突起形成を容易に制御でき、本発明の効果がより良好となるため好ましい。また必要に応じて、地肌補強の観点から一次粒径が0.005～0.10μm、好ましくは0.01～0.05μmの型アルミナ、型アルミナ、型アルミナ、型アルミナ、ジルコニア、シリカ、チタン粒子などから選ばれる不活性粒子を表面突起形

10

20

30

40

50

成に影響を及ぼさない範囲で含有してもよい。

【0023】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、長手方向および幅方向のヤング率がいずれも4～13GPaであることが好ましい。長手方向のヤング率が4GPaより小さい場合、テープドライブ内での長手方向への張力によって長手方向に伸び、この伸び変形により幅方向に収縮し、記録トラックずれが起こりやすくなる。長手方向のヤング率の下限は、より好ましくは4.3GPa、さらに好ましくは4.5GPaである。一方、長手方向のヤング率が13GPaより大きい場合、十分な幅方向のヤング率が得られず、エッジダメージの原因となりやすい。長手方向のヤング率の上限は、より好ましくは10GPa、さらに好ましくは8GPaである。より好ましい範囲としては、4.3～10GPa、さら

10

【0024】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、幅方向のヤング率が4～13GPaの範囲であることが好ましい。幅方向のヤング率が4GPaより小さい場合、エッジダメージの原因となったりすることがある。幅方向のヤング率の下限は、より好ましくは5GPa、さらに好ましくは6GPaである。一方、幅方向のヤング率が13GPaより大きい場合、十分な長手方向のヤング率が得られにくい。幅方向のヤング率の上限は、より好ましくは11GPa、さらに好ましくは10GPaである。より好ましい範囲としては、5～11GPa、さらに好ましい範囲としては6～10GPaである。

【0025】

なお、本発明において長手方向とは、一般的にMD方向といわれる方向であって、ポリエステルフィルム製造工程時の長手方向と同じ方向を指し、幅方向とは、一般的にTD方向といわれる方向であって、ポリエステルフィルム製造工程時の幅方向と同じ方向(MD方向と直交する方向)を指す。

20

【0026】

また、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの厚みは、2～10μmであることが好ましい。この厚みが2μmより小さい場合は、磁気記録媒体用支持体として必要なこしが得られにくい。ポリエステルフィルムの厚みの下限は、より好ましくは3μm、さらに好ましくは4μmである。一方、ポリエステルフィルムの厚みが10μmより大きい場合は、テープ1巻あたりのテープ長さが短くなるため、磁気テープの小型化、高容量化が困難になる場合がある。ポリエステルフィルムの厚みの上限は、より好ましくは8μm、さらに好ましくは6μmである。より好ましい範囲としては3～8μm、さらに好ましい範囲としては4～6μmである。

30

【0027】

磁気記録媒体として必要な強度や寸法安定性を付与するため、上記した二軸配向ポリエステルフィルムの少なくとも一方の面に酸化アルミなどの金属蒸着を施してもよい。蒸着フィルムにおいては、蒸着された時と蒸着後冷えた時の蒸着膜の伸縮差によりカップングが発生することが一般的である。また、酸化アルミなどの酸化物を蒸着した場合には、蒸着後に進行する酸化反応や水酸化反応によっても蒸着膜が寸法変化し、カップングを引き起こすこともある。さらに、両面に酸化物蒸着を施す場合、表裏で膜厚や酸化度を制御することが必要である。本発明のポリエステルフィルムはそのような金属蒸着ポリエステルフィルムのカップング矯正用としても有用である。

40

【0028】

上記したような本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、たとえば次のように製造される。以下、ポリエステルとしてポリエチレンテレフタレート(PET)を、耐熱性熱可塑性樹脂としてポリエーテルイミドを用いた例を代表例として説明するが、本発明は特にこれらに限定されるものではない。

【0029】

ポリエステルに不活性粒子を含有させる方法としては、例えばジオール成分であるエチレングリコールに不活性粒子Iを所定割合にてスラリーの形で分散させ、このエチレング

50

リコールスラリーをポリエステル重合完結前の任意段階で添加する。ここで、粒子を添加する際には、例えば、粒子を合成時に得られる水ゾルやアルコールゾルを一旦乾燥させることなく添加すると粒子の分散性が良好であり、滑り性、電磁変換特性を共に良好とすることができる。また粒子の水スラリーを直接所定のポリエステルペレットと混合し、ベント方式の2軸混練押出機に供給しポリエステルに練り込む方法も本発明の効果に有効である。

【0030】

実質的に粒子を含有しないポリエステルのペレットと、ポリエーテルイミドのペレットを所定の割合で混合して、270～300 で加熱されたベント式の二軸混練押出機に供給、溶融押出して、ペレットを得る。

10

【0031】

このようにして準備した、粒子含有ペレット、ポリエーテルイミド含有ペレットおよび粒子などを実質的に含有しないペレットを所定の割合で混合し、乾燥したのち、公知の溶融積層用押出機に供給し、ポリマーをフィルターにより濾過する。

【0032】

また、非常に薄い磁性層を塗布する高密度磁気記録媒体用途においては、ごく小さな異物も磁気記録欠陥であるDO(ドロップアウト)の原因となるため、フィルターには例えば1.5 μ m以上の異物を95%以上捕集する高精度の繊維焼結ステンレスフィルターを用いることが有効である。続いてスリット状のスリットダイからシート状に押し出し、キャストインゴロール上で冷却固化せしめて未延伸フィルムとする。すなわち、複数の押出機、複数のマニホールドまたは合流ブロック(例えば矩形合流部を有する合流ブロック)を用いて必要な層数を積層し、口金からシートを押し出し、キャストインゴロールで冷却して未延伸フィルムを作る。この場合、背圧の安定化および厚み変動の抑制の観点からポリマー流路にスタティックミキサー、ギヤポンプを設置する方法が有効である。続いて、上記未延伸フィルムを長手方向と幅方向の二軸に延伸した後、熱処理する。延伸工程は、特に限定されないが、各方向において2段階以上に分けることが好ましい。すなわち再縦、再横延伸を行う方法が高密度記録の磁気テープとして最適な高強度のフィルムが得られ易いため好ましい。

20

【0033】

延伸方法は同時二軸延伸であっても逐次二軸延伸であってもよい。同時二軸延伸においてはロールによる延伸を伴わないため、フィルム表面の局所的な加熱が発生せず、表面性が制御しやすいため延伸方法としてより好ましい。同時二軸延伸においては未延伸フィルムを、まず長手および幅方向に、延伸温度を、例えば80～160、好ましくは85～130、更に好ましくは90～110として、同時に延伸する。延伸温度が80よりも低くなるとフィルムが破断しやすく、延伸温度が160よりも高くなると磁気記録媒体として用いた時に十分な強度が得られにくい場合がある。また、延伸ムラを防止する観点から、長手方向・横方向の合計延伸倍率は、例えば8～30倍、好ましくは9～25倍、更に好ましくは10～20倍とすることが好ましい。延伸倍率が8倍よりも小さいと本発明の対象とする高密度磁気記録媒体用として必要十分な強度が得られにくい。一方、倍率が30倍よりも大きくなると、フィルムが破れ、製造が難しい場合がある。高密度磁気記録媒体に必要な強度を得るためには、必要に応じて、好ましくは温度140～210、より好ましくは160～200で、好ましくは、1.05～1.8、より好ましくは1.2～1.6倍で再度長手及び/又は幅方向に延伸を行うことが好ましい。1.05よりも小さいと十分な強度が得られない場合があり、1.8倍よりも大きいとフィルムが破れ、製造が難しい場合がある。その後、例えば180～235好ましくは190～220で、例えば0.5～20秒、好ましくは1～15秒熱固定を行う。熱固定温度が180よりも低いとフィルムの結晶化が進まないため構造が安定しにくい。一方、235よりも大きくすると、ポリエステル非晶鎖部分の緩和が進み、ヤング率が小さくなるため磁気記録媒体用途として十分な強度が得られにくい。その後、長手及び/又は幅方向に0.5～7.0%の弛緩処理を施す。

30

40

50

【 0 0 3 4 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、表裏の耐熱性に差があるため、耐熱性熱可塑性樹脂を多く含む側の層のガラス転移点が高く、見かけ上低温で延伸されることになり、非晶鎖が緊張しやすい。このため、弛緩処理では耐熱性熱可塑性樹脂を多く含む層がより多く縮み、結果としてカップングを有するフィルムを得ることができる。磁気記録媒体用支持体として用いる場合には、ヘッド当たりを確保するため、表面A側すなわち磁性層を設ける側が凸になっていることが好ましく、その場合表面B側の耐熱性熱可塑性樹脂の含有量を表面A側よりも多くすることが効果的である。本発明の手法を用いた場合、表裏の耐熱性熱可塑性樹脂の含有量の差を調整することによって、必要なカップング量に容易に制御することができる。また、カップングはA面側が凸な場合を - (マイナス)、B面側が凸な場合を + (プラス) として評価し、磁気記録媒体用途として用いる場合には、プラスでも、マイナスが大き過ぎても、ヘッドあたりが悪くなりやすい。磁気記録媒体用支持体におけるカップングは、好ましくは 0 ~ - 5 mm、更に好ましくは 0 ~ - 3 mm である。

10

【 0 0 3 5 】

本発明のフィルムを用いた場合、通常のポリエステルフィルム製造設備を用いて、カップングを有するポリエステルフィルムを容易に作製することができるため、磁性層を設けた後に改めてカップングを付与する工程を省くことが可能となる。従って、磁気記録媒体の生産効率を向上せしめることが可能となる。

【 0 0 3 6 】

本発明の二軸ポリエステルフィルムは、磁気記録材料、電子材料、製版フィルム、昇華型リボン、包装材料、金属蒸着用として用いた時に有用で、特に1巻で500GB以上の高容量を有する磁気記録媒体用支持体として用いた時に有用である。

20

【実施例】

【 0 0 3 7 】

(物性の測定方法ならびに効果の評価方法)

本発明における特性値の測定方法並びに効果の評価方法は次の通りである。

【 0 0 3 8 】

(1) 耐熱性熱可塑性樹脂濃度 WA および WB の評価方法

耐熱性熱可塑性樹脂濃度 WA および WB は下記式により質量平均値で求める。2層構造の場合を記載するが、3層、4層など多層積層の場合も同様である。

30

【 0 0 3 9 】

A層及びB層の厚みを TA、TB、A層及びB層中の耐熱性熱可塑性樹脂濃度を CA、CB とする。A層の厚みがB層の厚みと同じ、もしくは大きい (TA > TB) 場合、ポリエステルフィルムの全厚みを T とすると、

【 0 0 4 0 】

【数1】

$$WA = CA$$

$$WB = \frac{CA \times (T/2 - TB) + CB \times TB}{T/2}$$

40

【 0 0 4 1 】

B層の厚みがA層の厚みよりも大きい (TB > T/2 > TA) 場合、

【 0 0 4 2 】

【数 2】

$$WA = \frac{CB \times (T/2 - TA) + CA \times TA}{T/2}$$

$$WB = CB$$

【0043】

である。

【0044】

なお、CA、CBの評価方法は、プラズマ低温灰化処理法により不要な層を灰化・除去した上で、次の通り行う。 10

【0045】

前処理 ; 凍結粉碎、減圧乾燥（常温、2時間）

測定方法 ; 酸化分解、減圧化学発光法による全窒素分析

反応炉で気化・酸化させ、生成した一酸化窒素を化学発光法により測定する。

【0046】

定量は予め作成した検量線により濃度計算を行う。3回測定し、平均値から算出する。

【0047】

なお、全窒素分析による定量が困難な場合、¹H核のNMR（核磁気共鳴法）により定量を行うことができる。 20

【0048】

(2) カッピング

サンプルを24時間以上、下記の条件で保管し、幅方向50mm、長手方向300mmの短冊を切り出した。図1に示すように、無張力で長手方向を縦にして鉛直に把持し、50mm幅の両端を結んだ線と、中央部（両端から25mm部分）の距離をカッピングとして評価した。A面側が凸な場合を-（マイナス）、B面側が凸な場合を+（プラス）として評価した。

【0049】

保管・測定環境：温度23、湿度65%RH

測定回数 : 5回測定し、平均値から算出する。

【0050】

x : -5.0mmより小さい

: -5.0mm以上で-3.0mmより小さい

: -3.0mm以上で0.0mmより小さい

x : 0.0mm以上

(3) 三次元表面粗さ

小坂研究所の三次元微細形状測定器（型式ET-350K）および三次元表面粗さ解析システム（型式TDA-22）を用いて三次元表面粗さSra（中心面平均粗さ）を測定した。条件は下記の通りであり、5回の測定の平均値をもって値とした。 40

【0051】

・触針径 : 2 μm

・触針の荷重 : 0.04mN

・縦倍率 : 5万倍

・カットオフ : 0.08mm

・送りピッチ : 5 μm

・測定長 : 0.5mm

・測定面積 : 0.2mm²

・測定速度 : 0.1mm/秒 50

(4) ヤング率の評価

JIS-K7161(1994)に準拠して測定する。なお、インストロンタイプの引張試験機を用い、条件は下記のとおりとする。5回の測定結果の平均値を本発明におけるヤング率とする。

【0052】

試料サイズ：幅10mm×試長間100mm

引張り速度：200mm/分

測定環境：温度23℃、湿度65%RH

測定回数：5回測定し、平均値から算出する。

【0053】

(5) 粒子の平均粒径

ポリエステルフィルムからポリマーをプラズマ低温灰化処理法で除去し、粒子を露出させた。処理条件は、ポリマーは灰化されるが粒子は極力ダメージを受けない条件を選択した。その粒子を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察し、粒子画像をイメージアナライザで処理した。SEMの倍率は20,000倍で、観察箇所をかえて粒子数100個以上で粒径とその体積分率から、次式で体積平均径dを得た。粒径の異なる2種類以上の粒子を含有している場合には、それぞれの粒子について同様の測定を行い、粒径を求めた。

【0054】

$$d = \left(\sum d_i \cdot N v_i \right)^{1/3}$$

ここで、 d_i は粒径、 $N v_i$ はその体積分率である。粒子がプラズマ低温灰化処理法で大幅にダメージを受ける場合には、フィルム断面を透過型電子顕微鏡(TEM)で、20,000倍で観察した。TEMの切片厚さは約100nmとし、観察箇所をかえて粒子数100個以上測定し、上記式から体積平均径dを求めた。

【0055】

(6) 粒子の体積形状係数

走査型電子顕微鏡で、粒子の写真を20,000倍で10視野撮影した。さらに画像解析処理装置を用いて、投影面最大径および粒子の平均体積を算出し、下記式により体積形状係数を求めた。

【0056】

$$f = V / D m^3$$

ここで、Vは粒子の平均体積(μm^3)、Dmは投影面の最大径(μm)である。

【0057】

(7) フィルム積層厚み

フィルム断面を透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて、20,000倍で観察した。TEMの切片厚さは約100nmとし、含有粒子径および粒子濃度をもとに界面の観察結果から各層の厚みを評価した。また、上記による観察が困難な場合、SIMS(二次イオン質量分析装置)を用いて評価することもできる。表面からエッチングしながら、粒子もしくは耐熱性熱可塑性樹脂に起因する元素濃度のデプスプロファイルを測定し、各層の厚みを評価する。

【0058】

(8) 製膜安定性の評価

製膜時の安定性を下記基準で評価した。フィルム破れは製品採取条件で、24時間あたり2回以下が好ましく、実用可能なレベルは1回以下である。ここで、フィルム破れとは穴があいたり、フィルムが切れたりして、製膜装置にフィルムを通し直す必要が生じ、製品を連続して取れなくなることをいう。

【0059】

○ : 24時間で破れなし

△ : 24時間で1~2回の破れあり

× : 24時間で3回以上破れあり

次の実施例に基づき、本発明の実施形態を説明する。

10

20

30

40

50

【0060】

なお、本発明・実施例においては、wt%は質量%の意味で用いている。

【0061】

(実施例1)

実質上粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートのパレット(50wt%)とGeneral Electric(GE)社製“ウルテム”1010(以下PEIと略す)(50wt%)を290 に加熱された同方向回転タイプのベント式2軸混練押出機に供給して、PEIを50wt%含有したパレットを作成した。

【0062】

平均粒径0.10 μm 、体積形状係数 $f = 0.51$ の球状シリカ粒子を含有するポリエチレンテレフタレートと実質上粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートを球状シリカ粒子の含有量が0.2質量%となるよう2種のパレットを混合することにより熱可塑性樹脂Aを調製した。

10

【0063】

また、平均粒径0.3 μm 、体積形状係数 $f = 0.52$ のジビニルベンゼン/スチレン共重合架橋粒子を含有するポリエチレンテレフタレートと、平均粒径0.8 μm 、体積形状係数 $f = 0.52$ のジビニルベンゼン/スチレン共重合架橋粒子を含有するポリエチレンテレフタレート、PEIを50wt%含有したパレットおよび実質上粒子を含有しないポリエチレンテレフタレートのパレットを、0.3 μm の粒子含有量が0.26質量%、0.8 μm の粒子含有量が0.01質量%、PEI量が3wt%になるよう混合した熱可塑性樹脂Bを調製した。これらの熱可塑性樹脂をそれぞれ160 で8時間減圧乾燥した後、別々の押出機に供給し、275 で溶融押出して高精度濾過した後、矩形の2層用合流ブロックで合流積層し、2層積層とした。その後、295 に保ったスリットダイを介し冷却ロール上に静電印加キャスト法を用いて表面温度25 のキャストイングドラムに巻き付け冷却固化し、未延伸積層フィルムを得た。この未延伸積層フィルムをリニアモーター式の同時二軸延伸機により95 で長手及び幅方向にそれぞれ3.5倍、トータルで12.3倍延伸しその後、再度190 で長手方向に1.2倍、幅方向に1.4倍延伸し、定長下、205 で3秒間熱処理した。その後幅方向に2%の弛緩処理を施し、全厚み4.3 μm 、層Bの厚み0.5 μm 、WA = 0%、WB = 0.7wt%の二軸配向ポリエステルフィルムを得た。長手方向のヤング率は5GPa、幅方向のヤング率は7GPa、表面粗さSRaは層A側が6nm、層B側が11nmであった。

20

30

【0064】

特性は表1の通りであり、フィルム破れもなく、製膜性は良好であった。

【0065】

(実施例2)

層A、層Bの厚み、およびそれぞれの層への耐熱性熱可塑性樹脂の添加量を変更する以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0066】

(参考例3)

層A、層Bの厚みを変更する以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

40

【0067】

(比較例1)

層A、層Bへの耐熱性熱可塑性樹脂の添加量を変更する以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0068】

(比較例2)

層A、層Bへの耐熱性熱可塑性樹脂の添加量を変更する以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0069】

50

(比較例3)

層A、層Bの厚み、および層Bへの耐熱性熱可塑性樹脂の添加量を変更する以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0070】

【表1】

	厚み[μm]			耐熱性熱可塑性樹脂の含有量[wt%]					カップリング	製膜安定性	
	T	TA	TB	CA	CB	WA	WB	WB-WA			
実施例1	4.3	3.8	0.5	0	3	0.0	0.7	0.7	0.7	〇〇(-1mm)	〇〇
実施例2	8.0	6.5	1.5	2	5	2.0	3.1	1.1	1.1	〇〇(-2mm)	〇
参考例3	4.3	2.8	1.5	0	3	0.0	2.1	2.1	2.1	〇(-4mm)	〇〇
比較例1	4.3	3.8	0.5	3	0	3.0	2.3	-0.7	-0.7	×(+1mm)	〇〇
比較例2	4.3	3.8	0.5	5	5	5.0	5.0	0.0	0.0	×(0mm)	〇
比較例3	4.3	2.8	1.5	0	10	0.0	7.0	7.0	7.0	×(-7mm)	×

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

【0071】

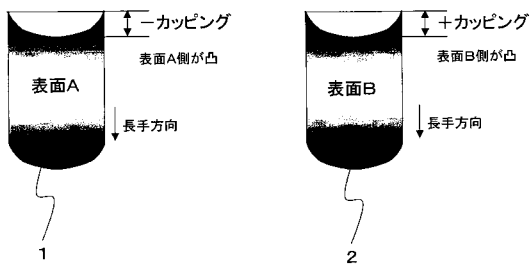
【図1】カップリング評価の概略図である。

【符号の説明】

【0072】

- 1 サンプル
- 2 サンプル

【図1】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2002-079640(JP,A)
特開2004-299057(JP,A)
特開2002-361732(JP,A)
特開2002-205332(JP,A)
特開2003-030818(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B32B 1/00 - 43/00