

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6692295号
(P6692295)

(45) 発行日 令和2年5月13日(2020.5.13)

(24) 登録日 令和2年4月16日(2020.4.16)

(51) Int.Cl.	F 1	
B 3 2 B 27/36 (2006.01)	B 3 2 B	27/36
B 2 9 C 48/21 (2019.01)	B 2 9 C	48/21
B 2 9 C 55/12 (2006.01)	B 2 9 C	55/12
H O 1 L 31/049 (2014.01)	H O 1 L	31/04 5 6 2
B 2 9 K 67/00 (2006.01)	B 2 9 K	67:00

請求項の数 7 (全 27 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-549466 (P2016-549466)	(73) 特許権者	510173292
(86) (22) 出願日	平成27年1月30日 (2015.1.30)		トーレ・フィルムズ・ヨーロッパ
(65) 公表番号	特表2017-506591 (P2017-506591A)		フランス国 サン モーリス ド ベノ
(43) 公表日	平成29年3月9日 (2017.3.9)		エフーO1700、プラス ダルメニイ
(86) 国際出願番号	PCT/EP2015/051984	(74) 代理人	100118902
(87) 国際公開番号	W02015/114113		弁理士 山本 修
(87) 国際公開日	平成27年8月6日 (2015.8.6)	(74) 代理人	100140109
審査請求日	平成30年1月10日 (2018.1.10)		弁理士 小野 新次郎
(31) 優先権主張番号	1400276	(74) 代理人	100075270
(32) 優先日	平成26年1月31日 (2014.1.31)		弁理士 小林 泰
(33) 優先権主張国・地域又は機関	フランス (FR)	(74) 代理人	100101373
			弁理士 竹内 茂雄
		(74) 代理人	100112634
			弁理士 松山 美奈子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多層透明ポリエステルフィルム、前記フィルムを製造するための方法、および特定には光起電力パネルのバックシートにおける前記フィルムの使用

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

二軸延伸透明多層フィルムであって、
 コア層と少なくとも1つの外層との、少なくとも2層のポリエステルを含み、
 ここで、
 i) 少なくともコア層は、少なくとも、ポリエチレンテレフタレートである二軸延伸透明ポリエステルPE1を含有し、当該ポリエチレンテレフタレートは、
 ・アルカリ金属リン酸塩を1.3モル/トン~3.0モル/トンの濃度で含み、一部のリン酸をアルカリ金属リン酸塩の濃度の0.4~1.5倍(1モル当たり)の濃度で含み、
 ・飽和蒸気下において155℃で4時間行われた湿式加熱処理の前および後の間のPE1におけるCOOHの増加は、90当量/トンまたはそれ未満であり、
 i i) 外層の少なくとも1つは、少なくとも、ポリエチレンテレフタレートである二軸延伸ポリエステルPE2を含み、他方では、少なくとも1種の金属化合物と少なくともPE2の前駆体PE2"のモノマーまたはオリゴマー単位との反応から生成した一部の粒子を含み、前記粒子は、1.5~3.0μmで構成されるd50を有し、前記PE2は、固相ポスト縮合により、少なくとも1種の、ポリエチレンテレフタレートであるポリエステルPE2"から得られ、
 i i i) 外層の少なくとも1つが、少なくともPE2、および少なくともPE1を含み、

i v) 層の少なくとも1つが、少なくとも光安定剤を含む上記フィルム。

【請求項2】

PE1およびPE2の量ならびに各層の厚さが、

- ・フィルムのヘイズが、3.0未満かまたはそれに等しく、
- ・Kd(動摩擦係数)が、0.65より少ないかまたはそれに等しい

ように選択される、請求項1に記載のフィルム。

【請求項3】

内部粒子を形成するためにPE2の前駆体PE2"の少なくとも1つのモノマーまたはオリゴマー単位と反応することができる金属化合物が、

- ・酢酸の金属塩およびリン酸トリメチルを含む群

から選択される、請求項1または2に記載のフィルム。

【請求項4】

コア層、およびコア層の一方の側に少なくとも1つの外層、およびコア層の逆側に少なくとも1つの外層を含む、請求項1に記載のフィルム。

【請求項5】

請求項1~4のいずれか一項に記載の二軸延伸多層ポリエステルフィルムの製造方法であって、

(i) 請求項1~4のいずれか一項に記載の少なくとも1種のPE1および少なくとも1種のPE2を合成または用意すること；

(ii) 場合によってポリエステルを予備乾燥すること；

(iii) ポリエステルを加熱して、それらを溶融させて可鍛性にすること；

(iv) 溶融させたポリエステルを押し出し、それらを多層フィルムに使用すること；

(v) 多層フィルムを迅速に冷却(クエンチ)し、凝固させること；

(vi) 所与の延伸温度Tsで多層フィルムの縦方向および横方向に二軸延伸すること；

(vii) 所与の加熱温度Thで二軸延伸フィルムを加熱することを含む、前記製造方法。

【請求項6】

請求項1~4のいずれか一項に記載のフィルムまたは請求項5に記載の方法により得られたフィルムを含むラミネート。

【請求項7】

裏面(バックシート)に、請求項5に記載の方法によって入手可能な請求項1~4のいずれか一項に記載のフィルム、または請求項6に記載のラミネートが含まれる、透明な光起電力パネル。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、多種多様なエレメントに対する保護フィルムとして、例えば光起電力パネル(モジュール)のためのバックシートとして有用な保護フィルムとして、それらの周知の優れた熱安定性、寸法安定性、耐薬品性および比較的高い表面エネルギー特性のために極めて広範に使用されるポリエステルフィルム、特定には芳香族ポリエステルフィルム、例えばポリエチレンテレフタレート(PE T)またはポリエチレンナフタレート(PEN)またはポリブチレンテレフタレート(PBT)(好ましくは二軸配向の)に関する。これらのバックシートは、光起電力パネル(モジュール)の機械的な完全性、太陽電池の保護を提供し、光起電力パネル(モジュール)の地球への光の反射率に寄与する。

【0002】

本発明はまた、これらのポリエステルフィルムの製造および使用にも関する。

【背景技術】

【0003】

10

20

30

40

50

技術的な問題および従来技術の説明

以下の特性の少なくとも1つを有する二軸延伸の多層透明ポリエステルフィルムが求められている：

- (a) 向こうが透けて見えるような高い透明性レベルおよび低いヘイズレベル；
- (b) それらの製造、それらの調整およびそれらの適用に関して取り扱いが容易なこと；
- (c) 耐加水分解性；
- (d) 光安定性；
- (e) 優れた接着特性。

【 0 0 0 4 】

近年、光起電力 (P V) パネル (モジュール) は、 P V セルで構成されており、次世代のクリーンエネルギー源として一定の成功を収めてきた。

光起電力セルの構造は、 (i) 外面が光に晒されることが意図されている透明な材料、 (i i) 半導体層、 (i i i) フィラーなどの樹脂層、および (i v) パネルの完全性および剛性に都合がよくなるように意図されており、湿度、熱および紫外線放射の存在下で性能の損失が最小であるポリマーフィルムのラミネートされた組立体で構成される保護用バックシートを含むラミネートである。

【 0 0 0 5 】

エレメント (i i) (i i i) (i v) の少なくとも1つが不透明な場合、 P V パネルは不透明になる可能性がある。エレメント (i i) (i i i) (i v) が透明な場合、これらの P V セルで構成される P V パネルは透明であり、建築物でガラスの代わりに使用することができる。

【 0 0 0 6 】

P V パネルのバックシート (i v) を形成するために組み立てられたポリマーフィルムは熱可塑性樹脂で構成されていてもよく、特定にはポリエステル、特定には芳香族ポリエステル、例えばポリエチレンテレフタレート (P E T) またはポリエチレンナフタレート (P E N) またはポリブチレンテレフタレート (P B T) (より好ましくは二軸延伸の) で作製されていてもよい。これは、例えばフィラーを取り入れたため不透明になった P E T 多層フィルムであってもよいし、または透明なフィルムであってもよい。

【 0 0 0 7 】

それらの透明性またはそれらの不透明性の他にも、市場では、上述した特性 (b) ~ (e) の全部または一部を有する P V セルのバックシートのための保護用多層ポリエステルフィルムが求められている。

【 0 0 0 8 】

多層ポリエステルフィルムは、特定にはこれらの特性 (a) ~ (e) に関して改善が可能である。

文献 E P 1 2 8 7 9 8 3 B 1 は、標識、ソーラーコントロールフィルムなどのある特定の光学的な用途など多種多様の適用のための低いヘイズ (濁度) の P E T フィルムに関する。この場合、透明性は、特殊なフィラーを使用することによって達成されている。このフィルムは、例えば3層の対称構造であり、コア層を除く2つの外層は、無機粒子および有機粒子の混合物を含有する。無機粒子は、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、二酸化チタン、酸化スズ、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、リン酸カルシウム、ゼオライト、ヒドロキシアパタイト、ケイ酸アルミニウムおよびそれらの混合物からなる群より選択され、その平均粒度は約 0 . 0 3 5 μ m ~ 約 0 . 3 μ m である。有機粒子は、約 0 . 8 μ m 未満かまたはそれに等しい粒度を有し、約 0 . 0 4 % 未満の量で存在する。しかしながら、この極めて低いヘイズ (濁度) を有するフィルムは、加水分解または紫外線に対して耐性ではない。その取り扱いの容易さは、最適化されていない。

【 0 0 0 9 】

E P 2 4 0 7 5 1 5 A 1 は、 1 . 3 モル / メートルトン ~ 6 . 0 モル / メートルトンの量のアルカリ金属リン酸塩、 1 . 8 モル / メートルトン ~ 7 . 5 モル / メートルトンの量

10

20

30

40

50

のリン酸を含むポリエステル樹脂組成物を開示している。飽和蒸気下において155で4時間行われた湿式加熱処理の前および後では、この組成物におけるCOOHラジカルの増加は、90当量/トンまたはそれ未満である。この組成物の窒素元素の含量は、100ppm未満であり、そのCOOH末端基の量は、20当量/トンまたはそれ未満である。このPET樹脂組成物から作製されるPVセルのバックシートのためのフィルムは、十分な長期耐加水分解性を有する。しかしながら、このフィルムはそれでもなお、特に紫外線耐性に関して短所がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

10

【特許文献1】EP1287983B1

【特許文献2】EP2407515A1

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明の目的は、これらの従来技術の欠陥を克服すること、さらに、特性が優れた、特に透明性およびヘイズ、耐加水分解性、光安定性、取り扱いの容易さが優れたフィルムを生産するのに好適なポリエステル組成物を提供することからなる。

【0012】

この状況において、本発明の本質的な目的の1つは、以下の特性：

20

(a) 透明性；

(b) 特定には摩擦係数を低くすることによる、取り扱いの容易さ；

(c) 耐加水分解性；

(d) 光安定性；

(d) 特定には、フィルムと、前記フィルムを取り入れることができる構造を有するラミネートの他の層との境界における接着力の少なくとも1つを改善する改善された二軸延伸透明ポリエステルフィルムを提供することである。

【0013】

本発明の別の目的は、上記の目的を満たすポリエステルフィルムを得るための方法であって、用意が簡単であり、安価で工業向けである前記方法を提供する。

30

本発明の別の目的は、上述の改善されたフィルムを含むPVパネルまたはセルを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0014】

これらの目的は、本発明によって達成され、特に、第一の形態において、少なくとも2つのポリエステル層、すなわちそれぞれ同一でもよいまたは異なっていてもよいコア層と少なくとも1つの外層とを含む多層二軸延伸透明フィルムであって、ここで、

i) 少なくともコア層は、少なくとも1つの二軸延伸透明ポリエステルPE1、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートを含み、

40

ii) 外層の少なくとも1つは、一方では、少なくとも1つの二軸延伸ポリエステルPE2、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートを含み、他方では、少なくとも1種の金属化合物とPE2の前駆体PE2"の少なくとも1つのモノマーまたはオリゴマー単位との反応から生成する粒子を含み、より好ましくは、前記内部粒子は、 μm で解釈され、好ましくは0.5~5.0、より好ましくは1.0~4.0、さらにより好ましくは1.5~3.0の d_{50} を有する、上記フィルムに関する発明によって達成される。

【0015】

第一の好ましい実施態様において、本発明に係るフィルムのポリエステルPE1は、ポリエステルPE、好ましくは芳香族ポリエステル、より優先的にはポリエチレンテレフ

50

タレートであり：

- アルカリ金属リン酸塩を 1.3 モル/メートルトン ~ 3.0 モル/メートルトンの量で、およびリン酸をアルカリ金属リン酸塩の量の 0.4 ~ 1.5 倍 (1 モル当たり) の量で含み；

- ここで飽和蒸気下において 155 で 4 時間行われた湿式加熱処理の前および後に測定された前記 PE 1 における COOH の増加は、90 当量/トンまたはそれ未満である。

【0016】

第二の実施態様において、本発明に係るフィルムのポリエステル PE 1 は、PE とは異なり、ポリエステル PE であり、より好ましくは芳香族ポリエステル、さらにより好ましくはポリエチレンテレフタレートである。

10

【0017】

特定には上述した第一および第二の実施態様に適用することができる本発明の注目すべき様式によれば、外層の少なくとも 1 つは、少なくとも 1 種の PE 2 ならびに少なくとも 1 種の PE および/または少なくとも 1 種の PE を含む。

【0018】

本発明に係る多層の透明性が市場で許容できるレベルにあるように、PE 1 および PE 2 の量ならびに層の厚さは、

- ・フィルムのヘイズが、3.0 未満かまたはそれに等しく、より好ましくは 2.5 未満かまたはそれに等しく、

20

- ・Kd (動摩擦係数) が、0.65 未満かまたはそれに等しく、より好ましくは 0.55 未満かまたはそれに等しく、さらにより好ましくは 0.50 未満かまたはそれに等しい、ように選択される。

【0019】

本発明に係るフィルムは、有利には、その入射光を透過させる能力を特徴とする特殊な光学特性を有する。

そのようなものとして、サンプルを介して測定されたその透過率または TLT (全光線透過率) は、以下に示される範囲、すなわち % で、好ましくは [80 ~ 100]、より好ましくは [84 ~ 97]、さらにより好ましくは [86 ~ 95] に収まり、および/またはフィルムで測定されたヘイズ (濁度) は、以下に示される範囲、すなわち % で、好ましくは [< 5]、より好ましくは [< 4]、さらにより好ましくは [0.01 ~ 3] に収まる。

30

【0020】

ポリエステルフィルムは、好ましくは 4 ~ 500 マイクロメートルの厚さを有する。フィルムの厚さの上限および下限は、より好ましくは、それぞれ 8 マイクロメートルおよび 250 マイクロメートルである。フィルムの厚さがこの範囲内である場合、フィルムは、特定には架橋コーティングの適用の観点で、好都合な機械抵抗を有する。

【0021】

有利には、多層フィルムの層の少なくとも 1 つ、より好ましくは外層の少なくとも 1 つは、

40

- ・カルボン酸の金属塩、リン酸から生成する有機リン化合物およびそれらの混合物を含む群、より好ましくはそれらで構成される群；

- ・より好ましくは、酢酸の金属塩、特定には酢酸リチウムおよび酢酸カルシウム、およびリン酸トリメチルを含む下位群、より好ましくはそれらで構成される下位群における少なくとも 1 種の光安定剤を含む。

【0022】

さらにこれらの粒子について述べれば、それらは、より好ましくは副産物であり、さらにより好ましくは、PE 2 の合成から生成する沈殿物、例えば触媒の沈殿物である。

この目的のために、少なくとも 1 種のポリエステル PE 2 " の固相ポスト縮合 (post-condensation in the solid state) により得られた PE 2 が好ましく、より好ましくは芳

50

香族ポリエステル、さらにより好ましくはポリエチレンテレフタレートである。

【0023】

そのようなものとして、PE2”は、PE2の前駆体プレポリマーである。

本発明に係るフィルムの粒子は、例えば2種のコモノマーを使用してPE2”を調製する間、すなわち例えばジメチルテレフタレートとジエチレングリコールとを交換する工程の間に生じる。これらの粒子は、コモノマーの一方および/または他方、例えばDMT（ジメチルテレフタレート）と、例えば交換期間中に使用される反応助剤の少なくとも1種との反応から生成する。これらの助剤は、特定には、酢酸リチウム、酢酸カルシウムおよびリン酸トリメチルであり得る。

【0024】

そのため、この例において粒子は、リチウム、カルシウムおよびリンの錯塩で構成される。

粒子がこのような由来のために、例えばマスターバッチ中でポリエステルに導入される外部からの粒子に関して、粒子とポリエステルの高分子鎖とのより優れた相互浸透/粘着が可能になる。これらの固有の粒子は、特定には以下の利点を有する：

- ・伸長中に誘発される粘着力低下（de-cohesion）を制限することにより、ヘイズの減少およびTLTの増加をもたらす；
- ・摩耗しやすさを制限することにより、表面上の層をより薄くしてヘイズをより良好に制御し限定することを可能にする；
- ・外部からの粒子の導入を回避または制限することにより、加水分解に関するフィルムの

【0025】

好ましくは、本発明に係るフィルムは、コア層の一方の側にコア層と少なくとも1つの外層とを含み、コア層の他方の側に少なくとも1つの外層を含む。

さらに、本発明に係るフィルムは、以下の注目すべき項目の少なくとも1つを満たす：

- ・ISO4892-3、方法A、サイクル1に従って行われた紫外線時効処理の前および後に測定されたフィルムの黄変（デルタb）が、以下に示される範囲：好ましくは[< 4]、より好ましくは[< 3]、さらにより好ましくは[< 2]である；
- ・フィルムのグローバル平面SST率（global planar SST modulus、GPSM）が、 kgf/mm^2 で、以下に示される範囲：好ましくは[440 ~ 465]、より好ましくは[445 ~ 465]、さらにより好ましくは[450 ~ 465]である；
- ・フィルムの総厚さが、 μm で、以下に示される範囲：好ましくは[4 ~ 500]、より好ましくは[6 ~ 350]、さらにより好ましくは[8 ~ 250]である；
- ・本発明に係るフィルムは、難燃剤；ラジカルスカベンジャー（より好ましくはオリゴマーまたはポリマーHALS）；およびそれらの混合物を含む群より選択される少なくとも1種の添加剤を含む；

・本発明に係るフィルムは、その側面の少なくとも1つに少なくとも1つのコーティングを含み、前記コーティングは、共押し出し、コーティング、押し出しコーティング、周囲空気下またはガスの存在下でのコロナ処理、真空蒸着、プラズマ処理または物理化学的な真空蒸着により得られる。

【0026】

本発明はまた、本発明に係る二軸延伸多層ポリエステルフィルムを製造するための方法であって、

- (i) 例えば上記で定義したような少なくとも1種のPE1および少なくとも1種のPE2を合成または用意すること；
- (ii) 場合によってポリエステルの予備乾燥すること；
- (iii) ポリエステルを加熱して、それらを溶融させて可鍛性（展性、malleable）にすること；
- (iv) 融解させたポリエステルの押し出し、より好ましくはフラットダイのバイアスによって、多層フィルムに加工すること；

10

20

30

40

50

(v) より好ましくは冷却ドラムで、多層フィルムを迅速に冷却（クエンチ）し、凝固させること；

(v i) 所与の延伸温度 T_s で多層フィルムの縦方向および横方向に二軸延伸すること；

(v i i) 所与の加熱温度 T_h で二軸延伸フィルムを加熱することによってヒートシールすること

を含む、前記方法にも関する。

【0027】

この方法において、 T_s および / または T_h は、より好ましくは、前記ポリエステルフィルムの耐加水分解性を制御するために、吸熱ピーク温度の T_{meta} は、240 より低く、より好ましくは180～230、さらにより好ましくは180～220に維持されるように選択される。

10

【0028】

ポリエステルフィルムは、簡単な構造を有していてもよいし、または多層中の共押し出しされたAB、ABAもしくはABC構造、またはより複雑な構造を有していてもよい（記号A、BおよびCは、異なる性質および / または異なる組成の層に対応する）。

【0029】

本発明はまた、本発明に係るフィルムを含むかまたは本発明に係る方法により得られたラミネートにも関する。

好ましくは、本発明に係るラミネートは、本発明のフィルムとそれが取り入れられたPVパネルの裏面（バックシート）を形成するラミネートの他のフィルムとの境界において、4N / 15mmより大きいかまたはそれに等しい剥離強度（90°で）を有する。

20

【0030】

本発明に係るフィルムは、光起電力パネルの裏面の製造に、または持続的に屋外曝露（雨、太陽、温度変動など）に対して耐性にすることを可能にする性能を必要とする他のあらゆる屋外適用に使用することができる。

【0031】

それゆえに本発明はまた、裏面（バックシート）に本発明に係る方法により得られた本発明に係るフィルムまたは本発明に係るラミネートを含む透明な光起電力パネルにも関する。

30

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】図1は、バックシートに本発明に係る多層透明ポリエステルフィルムを含む光起電力パネル（モジュール）のセルを示す断面図である。

【図2】図2は、本発明に係る多層透明ポリエステルフィルムの例を示す断面図である。

【図3】図3は、PE2に含有される固有の粒子の粒度分析曲線である。

【発明を実施するための形態】

【0033】

本明細書において、あらゆる「単数形」は「複数形」として解釈することができ、逆もまた同様であることに留意されたい。

40

本発明に係る多層ポリエステルフィルムは、上述の特性(a)(b)(c)(d)の少なくとも1つが求められる、磁気材料の適用、電気機器の適用、例えばキャパシタ、およびパッケージングの適用、建築物のための屋外の装飾的な適用、および特定にはPVセル適用などの様々な適用に好適である。

【0034】

多層透明ポリエステルフィルム

例えば、本発明に係る多層透明ポリエステルフィルムは、光起電力モジュールの裏面（バックシート）の一部であってもよく、図1にその構造を示す。光起電力モジュールは、日光を電気に変換するシステムである。好ましくは、光起電力セルの構造は、全光透過性の材料(1)（例えばガラス）、光起電力バッテリーのセル(2)、充填された樹脂層(

50

3) (カプセル化層)、光起電力セルの後部保護ラミネート(4)(バックシート)およびリードワイヤー(5)を含む。透明な光起電力モジュールの場合、後部保護ラミネート(または、いわゆる裏面またはバックシート)は、透明な材料である。

【0035】

この光起電力パネルは、家屋または工業用建築物のルーフ上に搭載させてもよいし、または窓として使用してもよいし、または電気/電子部品を製作するのに使用してもよい。

図2に、光起電力モジュールの後部保護ラミネート(4)の一部である本発明のフィルムを示す。これは、5つの上述の特性(a)(b)(c)(d)(e)の少なくとも1つを改善する、より好ましくはPETで作製された外層(AおよびC)、およびPETで作製されたコア層(B)を使用して達成された3層のポリエステルフィルムである。

10

【0036】

コア層BのPETは、PE1と名付けられたPETである。

外層AおよびCのPETは、PE2と名付けられたPETである。

PE1:

・PE1 = PE

第一の好ましい実施態様において、PE1は、リン化合物としてアルカリ金属リン酸塩を、1.3モル/メートルトン~3.0モル/メートルトンの量で含み、別のリン化合物のケースでは、リン酸を、アルカリ金属リン酸塩の量の0.4~1.5倍(1モル当たり)の量で含むポリエステル樹脂組成物によって形成されたPEである。耐加水分解性の観点から、本発明によるポリエステル樹脂組成物にとって、その酸成分が、芳香族ジカルボン酸成分を95モル%またはそれより多くの量で含有することが必要である。特に、機械的特徴を考慮すれば、テレフタル酸成分が好ましい。機械的特徴および熱的特徴の観点から、グリコール成分が、2~4個の炭素原子を有する直鎖アルキレングリコールを95モル%またはそれより多くの量で含有することも必要である。

20

【0037】

特に、成形性および結晶性の観点から、2個の炭素原子を有するエチレングリコールが好ましい。共重合した成分の含量が5モル%を超える場合、これは、融点が低下するために耐熱性の減少を引き起こし、さらに、結晶化の程度が低下するために耐加水分解性の減少も引き起こすと予想される。耐加水分解性の観点から、本発明のポリエステル樹脂組成物は、アルカリ金属リン酸塩を1.3モル/メートルトン~3.0モル/メートルトンの量で含有することが必要である。上記量は、好ましくは、1.5モル/メートルトン~2.0モル/メートルトンである。アルカリ金属リン酸塩の含量が1.3モル/メートルトン未満の場合、長期耐加水分解性が不十分になる可能性がある。一方で、アルカリ金属リン酸塩が3.0モル/メートルトンを超える含量で含有される場合、上記組成物は、異物化(heterogeneisation)を引き起こす可能性がある。

30

【0038】

本発明におけるアルカリ金属リン酸塩の例は、リン酸二水素ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸三ナトリウム、リン酸二水素カリウム、リン酸水素二カリウム、リン酸三カリウム、リン酸二水素リチウム、リン酸水素二リチウム、およびリン酸三リチウムである。

40

【0039】

好ましくは、アルカリ金属の二水素リン酸塩およびリン酸水素ジ(アルカリ金属)である。長期耐加水分解性の観点から、アルカリ金属がNaまたはKであるアルカリ金属リン酸塩が好ましい。特に好ましくは、リン酸二水素ナトリウムおよびリン酸二水素カリウムである。長期耐加水分解性の観点から、本発明におけるリン酸の含量は、モル比でアルカリ金属リン酸塩の0.4~1.5倍であることが必要である。上記含量は、好ましくは0.8~1.4倍である。上記含量が0.4倍未満の場合、長期耐加水分解性が劣化する可能性がある。上記含量が1.5倍を超える場合、重合触媒が過量のリン酸によって不活性化され、その結果として重合が遅延し、末端COOH基の量が増加すると予想され、これらはポリエステル樹脂の耐加水分解性の劣化に寄与すると予想される。

50

【0040】

アルカリ金属リン酸塩およびリン酸の含量からの計算に従って、本発明のポリエステル樹脂組成物は、アルカリ金属元素を1.3モル/メートルトン~9.0モル/メートルトンの量で、およびリン元素を1.8モル/メートルトン~7.5モル/メートルトンの量で含有する。好ましいアルカリ金属リン酸塩のタイプを考慮して、組成物は、好ましくは、アルカリ金属元素を1.3モル/トン~6.0モル/トンの量で、およびリン元素を1.8モル/メートルトン~7.5モル/メートルトンの量で含有する。

【0041】

末端COOH基の量の低減および異物の形成の阻害の観点から、本発明のポリエステル樹脂組成物に含有されるリン化合物の総含量が、リン元素の量に基づき30ppm~150ppmであることが好ましい。リン化合物の総含量は、より好ましくは60ppm~150ppmである。

10

【0042】

好ましくは、ポリエステル樹脂組成物PE1が、金属元素がNa、LiおよびKからなる群より選択される少なくとも1種の元素である金属化合物、金属元素がMg、Ca、MnおよびCoからなる群より選択される少なくとも1種の元素である金属化合物、ならびに金属元素がSb、TiおよびGeからなる群より選択される少なくとも1種の元素である金属化合物を含有し、これらの金属元素の総量は、ポリエステル樹脂組成物の全体に対して30ppmまたはそれより多く、および500ppmまたはそれ未満に調整される。金属元素の総量をこの範囲に調整することによって、末端COOH基の量を低下させて、耐熱性を改善することができる。総量は、より好ましくは40ppm~300ppmである。元素Na、LiおよびKは、アルカリ金属元素である。元素Mg、Ca、MnおよびCoは、2価金属元素であり、エステル交換反応触媒の役割を果たし、フィルムが生成されるポリエステル樹脂の抵抗率に影響を与えることによって二軸延伸フィルムに静電特徴を付与する。Sb、TiおよびGeは、重合を触媒する能力を有する金属元素であり、重合触媒として機能する。

20

【0043】

また、ポリエステル樹脂組成物が、ポリエチレンテレフタレート樹脂組成物であること、さらに、COOH末端基の量の増加が上記で説明した範囲内であることも好ましい。

ポリエステル樹脂組成物PE1は、より好ましくはポリエチレンテレフタレートの組成物であり、ここでCOOH末端基の量の増加は、飽和蒸気下において155で4時間行われた湿式加熱処理の前および後に測定した場合、90当量/メートルトン、より好ましくは20当量/メートルトンまたはそれ未満、さらにより好ましくは15当量/メートルトンまたはそれ未満である。

30

【0044】

ポリエチレンテレフタレートは、ポリブチレンテレフタレートおよびポリブチレンナフタレートよりも結晶性が低いことから、押出し直後の結晶化および白化は容易には起こらない。さらに、ポリエチレンテレフタレートは、ポリエチレンナフタレートより低いガラス転移温度およびポリエチレンナフタレートより小さい延伸応力を有することから、フィルム成形性において優れており、例えば、より簡単な延伸制御を可能にする。末端COOH基の量の増加分が上記で示した範囲内に含まれるポリエチレンテレフタレート樹脂は、ポリエチレンテレフタレートが本質的に有する長期耐加水分解性よりも高い長期耐加水分解性を有する。

40

【0045】

機械的特徴の観点から、ポリエステル樹脂組成物PE1は、0.6~1.0の固有粘度を有することが好ましい。末端COOH基の量の低減および耐熱性の観点から、上記固有粘度は、より好ましくは0.7~0.9である。

【0046】

異物の形成の阻害の観点から、このようなポリエステル樹脂組成物は、100ppmまたはそれ未満の窒素含量を有することが好ましい。言い換えれば、実質的に、窒素元素、

50

例えばカルボジイミドおよびオキサゾリンを含有する末端ブロッキング剤を含有しないことが好ましい。ブロッキング剤は末端COOH基と反応し、ゲルなどの異物を容易に生成して、機械的特徴の劣化を引き起こす。

【0047】

伸び、重合反応性、および成形性を維持するという観点から、本発明のポリエステル樹脂組成物は、3つまたはそれより多くの官能基を有する共重合した成分を、全ての酸成分に対して0.01モル%~1.00モル%の量で含有することが好ましい。上記量は、より好ましくは0.01モル%~0.50モル%である。

【0048】

3つまたはそれより多くの官能基を有する共重合した成分の例としては、ポリカルボン酸、例えばトリメリット酸、シクロヘキサントリカルボン酸、ピフェニルテトラカルボン酸、ピロメリット酸、ブタンテトラカルボン酸、長鎖脂肪族カルボン酸を三量体化することによって生産された三量体酸、ならびにそれらの無水物およびエステル；多価アルコール、例えばグリセロール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、ジトリメチロールプロパン、トリヒドロキシベンゼンおよびトリヒドロキシヘキサン；ならびにポリヒドロキシカルボン酸、例えばクエン酸、ジヒドロキシベンゼンカルボン酸、およびジヒドロキシナフタレンカルボン酸、ならびにそれらの無水物およびエステルが挙げられる。特定には、伸びおよびフィルム成形性の保持の観点から、共重合した成分は、3つの官能基を有する共重合した成分であることが好ましい。

【0049】

このような3つまたはそれより多くの官能基を有する共重合した成分を添加するプロセスに関して、反応性および取り扱い特性の観点から、ポリカルボン酸エステルおよび多価アルコール成分のケースでは、エステル交換反応の前に上記共重合した成分を添加すること、およびポリカルボン酸のケースでは、エチレングリコール中の溶液または懸濁液（スラリー）の形態で上記共重合した成分を添加することが好ましい。

【0050】

ポリエステル樹脂組成物PE1を生産するための方法は、芳香族ジカルボン酸および2~4個の炭素原子を有する直鎖アルキレングリコールからのエステル化またはエステル交換反応を介した重縮合を実行することによってポリエステル樹脂組成物を生産するための方法であり、本方法は、エステル化またはエステル交換反応を行う第一の工程、重合触媒などの添加剤およびリン化合物を添加する第二の工程、および重合を行う第三の工程を含む。必要に応じて、固相重合を行う第四の工程が追加されてもよい。

【0051】

第一の工程において、エステル化またはエステル交換反応は、例えばテレフタル酸、またはジメチルテレフタレートおよびエチレングリコールを使用する従来の方法によって行うことができる。例えば、エステル交換反応を行う場合、エステル交換反応触媒、例えば酢酸マグネシウム、酢酸カルシウム、酢酸マンガン、および酢酸コバルトを使用することができ、さらに重合触媒である三酸化アンチモンを添加してもよい。エステル化の工程中、添加される水酸化カリウムなどのアルカリ金属の量が数ppmであれば、副産物としてのジエチレングリコールの生成が阻害され、さらに耐加水分解性も改善される。

【0052】

第二の工程は、エステル化またはエステル交換反応が実質的に完了した時点と、固有粘度が0.4に達する時点との間の段階で、重合触媒などの添加剤およびリン化合物を添加する工程である。

【0053】

重合触媒として、エチレングリコール中の二酸化ゲルマニウムの溶液、三酸化アンチモン、チタンアルコキシド、チタンキレート化合物などを使用することができる。耐加水分解性の観点から、リン化合物として、アルカリ金属リン酸塩が1.3モル/メートルトン~3.0モル/メートルトンの量で添加されることが必要である。好ましい添加量は、1.5モル/メートルトン~2.0モル/メートルトンである。

10

20

30

40

50

【0054】

アルカリ金属リン酸塩の添加量が1.3モル/メートルトン未満の場合、長期耐加水分解性が不十分な可能性がある。一方で、アルカリ金属リン酸塩が3.0モル/メートルトンを超える量で添加される場合、これは、異物化を引き起こす可能性が高い。さらに、異物の形成を阻害することおよび長期耐加水分解性の観点から、リン化合物としてのリン酸を、アルカリ金属リン酸塩の量の0.4~1.5倍(1モル当たり)の量で添加することが必要である。好ましい添加量は、0.8~1.4倍である。

【0055】

上記量が0.4倍未満の場合、長期耐加水分解性は劣化する可能性がある。上記量が1.5倍を超える場合、重合触媒は、過量のリン酸によって不活性化され、重合の遅延、COOH末端基の量の増加を引き起こすと予想され、これらはポリエステル樹脂の耐加水分解性の劣化に寄与すると予想される。

10

【0056】

上記量が0.4倍未満場合、長期耐加水分解性が劣化する可能性がある。上記量が1.5倍を超える場合、耐加水分解性が劣化し得るような方式で、重合触媒は、過量によって不活性化されると予想される。

【0057】

特定には、耐熱性および長期耐加水分解性の観点から、アルカリ金属元素の量を1.3モル/メートルトンまたはそれより多くおよび6.0モル/メートルトンまたはそれ未満に、リン元素の量を1.8モル/メートルトンまたはそれより多くおよび7.5モル/メートルトンまたはそれ未満に調整することが望ましい。

20

【0058】

リン酸およびアルカリ金属リン酸塩を添加する方法に関して、長期耐加水分解性の観点から、前もってそれらをエチレングリコールまたは同種のものに溶解させた後に、それらをを添加し混合することが好ましい。

【0059】

現段階で使用され得る溶媒または分散媒のタイプに関して、耐熱性および耐加水分解性の観点から、本発明のポリエステル樹脂組成物に含有される2~4個の炭素原子を有する直鎖アルキレングリコールと同じアルキレングリコールを使用することが好ましい。別のタイプのアルキレングリコールが使用される場合、共重合反応のために耐熱性が劣化する可能性がある。

30

【0060】

特定には、異物の形成の阻害の観点から、混合された液体を、その時点で、2.0~6.0の酸性pHに調整することが好ましい。より好ましくは、pHは、4.0~6.0である。

【0061】

重合反応性の観点から、重合触媒の添加から5分またはそれより長い間隔でリン化合物を添加することが好ましく、リン化合物は、重合触媒添加の前または後のどちらで添加されてもよい。

【0062】

他の添加剤の例としては、静電特徴の変更を目的とする酢酸マグネシウム、共触媒としての酢酸カルシウム、および立体障害性フェノールタイプの抗酸化剤が挙げられ、これらは、本発明の作用を損なわない限りは添加が可能である。特に、エステル化のケースにおいて、エチレングリコールの総量がモル比でテレフタル酸の量の1.5~1.8倍になり得るようにエチレングリコールをさらに添加することが、COOH末端基を低減することができるため、耐加水分解性を改善するのに効果的である。

40

【0063】

一方で、フィルムに滑り特性を付与してフィルムの取り扱いを容易にするために、様々な種類の粒子を添加したり、または触媒を使用して内部形成された粒子を取り入れたりすることが可能である。

50

【0064】

第三の工程において、重合は、従来の方法によって行うことができる。さらに、末端COOH基の量を低減するために、重合温度を、ポリエステル樹脂組成物の融点より30高い温度まで調整して、0.5~0.6dl/gの固有粘度IVを有するチップを一時的に形成した後に第四の工程の固相重合を行うことが効果的である。

【0065】

第四の工程において、ポリエステル樹脂組成物の融点より30から60低い温度、および0.3Torrまたはそれ未満の真空の度合で固相重合(solid phase polymerisation)(SSP)を行うことが好ましい。そのようなものとして、縮合後のポリエステル樹脂PEの固有粘度IVは、0.8dl/gより大きいかまたはそれに等しい。そのよう

10

【0066】

そのようなものとして生産された、本発明のポリエステル樹脂組成物で作製されたフィルムは、末端COOH基の含量が低く、優れた短期耐加水分解性を有するだけでなく、特定には光起電力適用に必要な、リン酸およびアルカリ金属リン酸塩の作用に起因する優れた長期耐加水分解性も有する。

【0067】

・PE1 = PE

この第二の実施態様において、PEは、PEとは異なり、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートである。PEは、例えば、

20

- ・いずれもポリエチレンテレフタレートで構成されるか、
- ・あるいはエチレン単位の代わりにシクロヘキシルジメチロール単位を含有するポリエチレンテレフタレートコポリエステル単独またはその混合物で形成され(特許US-A-4,041,206またはEP-A-0408042を参照)、
- ・あるいはイソフタレート単位を有するポリエステル部分とのポリエチレンテレフタレートコポリエステル単独またはその混合物で構成され(特許EP-B-0515096を参照)、

・あるいは例えば共押しを介して得られた異なる化学的性質を有するポリエステルの数々の層で構成される。

30

【0068】

芳香族ポリエステルの具体的な例は、特定にはポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンイソフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリ-(ジメチル-1,4-シクロヘキシレンテレフタレート)およびポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートである。芳香族ポリエステルは、例えばこれらに限定されないが、ポリブチレンテレフタレート(PBT)などの少量の他の樹脂との、これらのポリマーのコポリマーまたはこれらのポリマーの混合物であり得る。これらのポリエステルのなかでも、ポリエチレンテレフタレート(PET)およびポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート(PEN)が、物理的特性、機械特性および光学特性の優れたバランスを提供することから特に好ましい。

40

【0069】

芳香族ポリエステルのフィルムは、配向によって結晶化可能なフィルム形成性の直鎖状ポリエステルから選択される。

芳香族酸の例として、ナフタル酸(phthalic)、テレフタル酸、イソフタル酸、2,5-ナフタレンジカルボン酸、および2,6-ナフタレンジカルボン酸を挙げることができる。これらの酸は、それより少量の1つまたはそれより多くの脂肪族または脂環式ジカルボン酸、例えばアジピン酸、アゼライン酸、テトラまたはヘキサヒドロテレフタル酸と組み合わせることができる。脂肪族ジオールの非限定的な例として、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、脂環式ジオール(シクロヘキサ

50

ンジメタノール)、ネオペンチルグリコールを挙げることができる。これらのジオールは、別々に、またはそれらの組み合わせられた混合物として使用することができる。好ましくは、フィルム形成性の結晶化可能なポリエステルは、ポリテレフタレートまたはアルキレンジオールポリナフタレンジカルボキシレート、および特定にはポリエチレンテレフタレート(PET)もしくは1,4-ブタンジオールまたは少なくとも80モル%のエチレングリコールテレフタレート単位を有するコポリエステルである。

【0070】

芳香族ポリエステルのフィルムは、前もって乾燥させた樹脂の顆粒をフラットダイを介して融解させて押し出すことにより得ることができる。次いで、延伸されていないシートを得るために、回転式冷却ドラム上で融解させた芳香族ポリエステルの層を冷却し、固化させる。次いで延伸されていないシートを、所与の延伸温度 T_s ($T_g < T_s < \text{ヒートシール}$)での縦方向および横方向の延伸、ならびに耐加水分解性の制御に供する。

10

【0071】

この方法において、 T_s および/または T_h は、より好ましくは、前記ポリエステルフィルムの耐加水分解性を制御するために、吸熱ピーク温度 T_{meta} が240未満、より好ましくは180~230、さらにより好ましくは180~220に維持されるように選ばれる。

【0072】

PE2:

PE2は、例えばPET前駆体PE2"を使用して得られる。PE2"の合成の場合、例えば、ジメチルテレフタレートとジエチレングリコールとの混合物、0.025~0.035重量%の三酸化アンチモン、0.085~0.95重量%の酢酸カルシウム、0.165~0.185重量%の酢酸リチウムおよび0.175~0.190重量%のリン酸トリメチルの添加がなされる。反応の第一の工程は、三酸化アンチモンによって触媒されるエステル交換反応または交換である。この交換工程中に、本発明に係るフィルムの内部粒子が得られる。これらの粒子は、DMT(ジメチルテレフタレート)と、交換期間中に導入された3種の化合物である酢酸リチウム、酢酸カルシウムおよびリン酸トリメチルとの反応から生成する。これらは、リチウム、カルシウムおよびリンの錯塩で構成される。さらなる詳細は、EP0310677B1(8頁)を参照されたい。

20

【0073】

【表1】

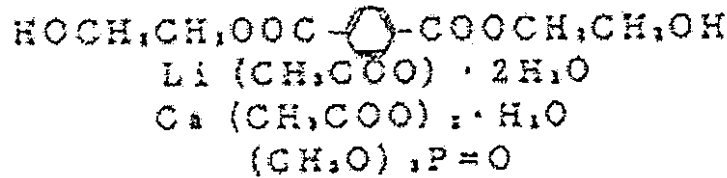
添加剤	タイプ
カルシウム	酢酸カルシウム水和物 (CH ₃ COO) ₂ Ca·0.5H ₂ O
リチウム	酢酸リチウム水和物 CH ₃ COOLi·2H ₂ O
リン	リン酸トリメチル (CH ₃) ₃ PO ₄

30

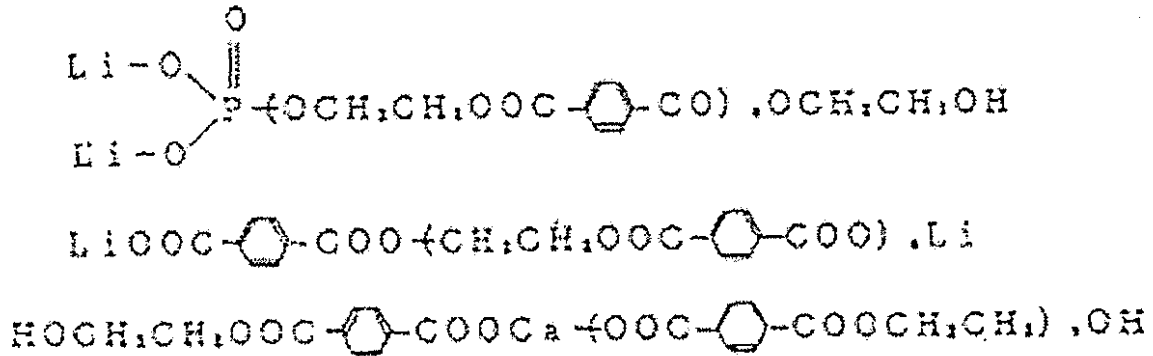
【0074】

40

【化1】



4種の化合物間の競合反応



【0075】

反応における第二の工程は、触媒の沈殿物から生成した約0.2重量%の内部粒子を含有するPETを得るために、従来の方法に従って行われる重縮合である。これらの内部粒子は、図3に示される曲線の特徴とする粒度分析分布を有する。ここで、D50が1.5~3.0 μmであることに留意されたい。

【0076】

次いでPE2[”]は、例えば特願平3-229725で説明されるようなポスト縮合または固相重合(SSP)(post-condensation or solid state polymerisation)に供される。そのようなものとしての縮合後のポリエステル樹脂PEの固有粘度IVは、0.8 dl/gより大きいかまたはそれに等しい。

【0077】

有利には、本発明に係るフィルムの、121で60時間のエージング後の伸びの平均保持率は、以下に示される範囲：好ましくは[>30%]、より好ましくは[>40%]、さらにより好ましくは[>50%]を有するか、または好ましくは[>40%]、より好ましくは[>50%]、さらにより好ましくは[>60%]を有する。

【0078】

興味深い特徴によれば、ISO4892-3、方法A、サイクル1に従って行われた紫外線時効処理の前および後のフィルムの黄変の増加(デルタb)は、以下に示される範囲：好ましくは[<4]、より好ましくは[<3]、さらにより好ましくは[<2]である。

【0079】

光安定剤

本発明によれば、フィルムの層の少なくとも1つ、より好ましくはフィルムの外層の少なくとも1つは、好ましくは、トリアジンタイプの紫外線吸収剤およびそれらの混合物を含む群より選択される少なくとも1種の紫外線安定剤を包含し、ここで紫外線安定剤の総濃度は、p/p%で、以下に示される範囲：好ましくは[0, 0.1~3.5]、より好ましくは[0, 0.3~2.5]、さらにより好ましくは[0, 0.5~2.0]、さらにより好ましくは[0, 1~1.0]、さらにより好ましくは[0, 1~5]である。

【0080】

10

20

30

40

50

光安定剤は、ポリエステルフィルムへの光（紫外線）および酸素の作用を阻止するのに使用される。

光安定剤は、「Additives for plastics on book, John Murphy、第2版、2001、Elsevier Advanced Technology」という著作に記載されているものなどの公知の製品の数々の群、より具体的には特許US - B - 6 5 9 3 4 0 6に記載されているものなどのPETフィルムから選択することができる。

【0081】

特許WO 2 0 0 9 / 0 8 3 5 5 2 A 1に記載の光安定剤の例としては、

- ベンゾフェノン、ベンゾトリアゾール、ベンゾオキサジノンおよびトリアジンなどの、抗酸化剤または紫外線吸収剤の群；
- 単独の、または抗酸化剤と組み合わせた、立体障害アミン光安定剤（HALS）の群を挙げることができる。

10

【0082】

ポリエステルフィルムは、好ましくは、少なくとも1種の光安定添加剤、より好ましくは、2つのフェニルまたは2つのピフェニル基を有するトリアジンタイプの紫外線吸収剤（BASF製のチヌビン1577（Tinuvin 1577）、RNCas 147315-50-2、BASF製のチヌビン1600（3-（ジアリール）[1,3,5]トリアジン-2イル）-5-（アルコキシ置換フェノール）、サイテック（Cytec）製のサイアソルブ（Cysorb）UV-1164）を含むと予想される。

20

【0083】

光安定剤は、マスターバッチ（UVMB）からのフィルムに導入されることが有利な場合があり、上記マスターバッチは、0.80 do/gを超える最終的なIVを維持するために85重量%の極めて高い固有粘度（ $IV > D/g$ ）を有するポリエチレンテレフタレートおよび15重量%の光安定剤を融解させ混合することにより得られる。

【0084】

無機フィラーの代替物

本発明の可能性によれば、外層の少なくとも1つは、フィラー粒子を取り入れており、ここでフィラー粒子は、

- 無機物質であり、
- 好ましくは、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、二酸化チタン、酸化スズ、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、リン酸カルシウム、ゼオライト、ヒドロキシアパタイト、ケイ酸アルミニウムおよびそれらの混合物の粒子を含むおよびからなる群より選択され、
- 好ましくは、好ましくは0.03 μm ~ 5.5 μm のd50の中位径を有するか、または好ましくは約0.03 μm ~ 5.5または6.0 μm の平均粒度を有し、
- 好ましくは、好ましくは $> 0.9 \text{ ml/g}$ の多孔質体積を有する多孔質である。

30

【0085】

最も好適な取り入れられた無機粒子は、SiO₂の多孔質粒子であり、これは、好ましくは、フィルムのヘイズ（濁度）を増加させずにフィルムの取り扱いの容易さを改善するために外層に包含される。これらのSiO₂粒子の多孔率および平均直径d50は、上記の発明の簡単な説明部分で示されている。

40

【0086】

ポリエステルに、その特性を改変するために、SiO₂以外のいくつかのフィラーが包含されていてもよい。これらのフィラーは、フィルム中に単独で、または混合物として包含されていてもよい。一般的に公知のポリエステルフィルムのためのフィラーの例としては、炭酸カルシウム、酸化カルシウム、酸化アルミニウム、カオリン、シリカ、酸化亜鉛、カーボンブラック、炭化ケイ素、酸化スズ、架橋アクリル樹脂の粒子、架橋ポリスチレン樹脂の粒子、架橋メラミン樹脂の粒子、架橋シリコーン樹脂の粒子またはそれに類似したものを挙げることができる。シリカおよび/またはカーボネートタイプのフィラーが好ましく使用される。

50

【 0 0 8 7 】

さらに、必要に応じて、ポリエステルフィルムは、少なくとも1種の他の添加剤をさらに含有していてもよく、このような添加剤は、好ましくは、以下の群：ラジカルスカベンジャー、難燃剤、色素、静電防止剤、抗酸化剤、有機潤滑剤、触媒または他のあらゆる類似の添加剤から選択される。

【 0 0 8 8 】

表面処理

本発明のフィルムは、接着力、帯電防止性能、滑りおよび巻き取り性能を改善するために、少なくとも一方の側に表面処理がなされていてもよい。表面処理は、物理的な表面処理（例えば紫外線、周囲空気下またはガスの存在下でのコロナ処理、真空蒸着、プラズマ処理またはプラズマ支援気相化学蒸着）、または化学的な表面処理（例えばアクリル酸、コポリエステル、ポリエステルまたはポリウレタンベースの調合物のコーティング）であり得る。

10

【 0 0 8 9 】

化学的な表面処理は、共押し出し、押し出しコーティング、フィルム作製プロセス中の横方向延伸の前になされるインラインのコーティング、またはオフラインのコーティングにより達成することができる。

【 0 0 9 0 】

適用：ラミネート

本発明は、ラミネート、特定には光起電力パネルのバックシートのためのラミネートを包含する。本発明に係るラミネートは、例えば、4 Nより大きいかまたはそれに等しい剥離強度（90°）を有し、これは、本発明のフィルムとそれが取り入れられたPVパネルの裏面（バックシート）の他の層との境界において改善された接着特性に相当する。前記剥離強度（90°）は、以下で説明される方法に従って測定される。

20

【 0 0 9 1 】

測定された特性

グローバル平面音波弾性率（Global planar sonic modulus、GPSM）

日本の野村商事株式会社によって製造されたSST-250音波式シート試験器を使用して音波方法によるフレキシブルなバリア材料の音波弾性率を決定するために、規格ASTMF89-68に従って所与の距離にわたり所与の方向で超音波パルスの速度が測定される。「弾性率」は、実験的な相関を使用して計算される：

30

$$E = 92 \times v^2$$

式中、

$E = k g f / m m^2$ で示される弾性率、

$v = k m / 秒$ で示されるサンプル中での超音波の伝播速度。

【 0 0 9 2 】

5°の角度の増加量で漸進的に0°（MD）から175°（TD+85°）にサンプルを回転させることにより、グローバル平面SST率（GPSM）を、その面内で36回の個々の測定の平均から計算することができる。

40

【 0 0 9 3 】

固有粘度

1, 2-ジクロロベンゼン/フェノールが50/50の溶媒混合物100 mL中で少なくとも120分で30分間、所与の量のサンプル（ポリマーまたはフィルム）を溶解させることにより、サンプル溶液を得る。冷却後、ウベローデ（Ubbelohde）粘度計を用いてサンプル溶液の溶出時間を測定する。サンプルの固有粘度値IVを、以下の相関を使用して規格ISO1628/5に従って計算する。

【 0 0 9 4 】

純粋溶媒混合物の粘度 η_0 を、サンプル溶液の粘度 η と比較する。

相対粘度 r は、

$$r = \eta / \eta_0 = t \times \rho / t_0 \times \rho_0$$

50

によって示され、式中、

t_0 および ρ は、溶出時間および溶媒混合物の密度であり、

t および ρ_s は、溶出時間およびサンプル溶液の密度である。

【0095】

本発明者らの研究のケースにおける η_{sp}/C から、以下の比粘度 η_{sp} に関する方程式：
 $\eta_{sp} = \eta_{sp} - \eta_{sp0} = (\eta - \eta_0) / \eta_0$ が得られる。

η_{sp} と固有粘度 IV との相関は、

$$(\eta_{sp} / C) = IV + k \times IV^2 \times C$$

によって示され、式中、

(η_{sp} / C) は、粘度の数値であり、

C は、溶液中のポリマーの濃度であり、

K は、定数である。

10

【0096】

固有粘度 IV は、濃度 C の関数として粘度の数値 (η_{sp} / C) を測定することによって実験的に決定することができる。固有粘度 IV は、濃度がゼロに近づく場合（無限希釈）における (η_{sp} / C) の値に相当する。

【0097】

ポリマー中のリンの量の決定

株式会社リガクによって製造された蛍光X線分析器（モデル番号：3270）を使用して測定を実行した。

20

【0098】

ポリマー中のアルカリ金属の量の決定

株式会社日立製作所によって製造された原子吸光度法（偏光ゼーマン原子吸光度計 180-80、化学炎：アセチレン-空気）によって測定を実行した。

【0099】

COOH含量

末端カルボキシル基の濃度は、いわゆる滴定方法によって測定される。特定には、0.5 g のサンプルを溶解させ、冷却し、3 ml の CH_2Cl_2 を添加する。

【0100】

滴定は、 KOH の 0.02 N 溶液を用いて行われる。

30

同じ方法で、溶媒混合物である 17/1 の o -クレゾール/ H_2O のブランクサンプルが滴定される。

【0101】

カルボキシル基含量 $[COOH]$ は、以下の方程式によって計算される：

$$(V - V_0) t / P ;$$

V_0 (L) : ブランクサンプルの滴定に使用される KOH 体積；

P (g) : サンプル重量；

V (L) : サンプルの滴定に使用される KOH 体積；

t : KOH 溶液濃度 (0.02 N または 0.02 モル/l)。

【0102】

40

熱的性質

本明細書の上記で述べられた小さい吸熱ピーク温度 T_{meta} は、示差走査熱量測定（パーキン-エルマー (Perkin-Elmer) の DSC ダイヤモンド）によって測定される。この方法は、ポリマーの温度遷移を研究するのに使用される。ポリマーは、窒素流下で 250 (10 / 分) まで加熱される。

【0103】

耐加水分解性

耐加水分解性を特徴付けるために、高圧雰囲気格納容器である SYSTEMEC VE-1000 で、以下の条件：温度 121、相対湿度 100%、圧力 2 bar を用いた PCT (プレッシャークッカー試験) での促進エージングで、ポリエステルフィルムを処理する。

50

エージング試験の60時間後に、フィルムの破断点伸び（EB）の保持率が測定される。

【0104】

光安定性

光安定性を特徴付けるために、UVCONデバイス（アトラス（Atlas））で、ISO 4892-3方法A、サイクル1に従った試験条件を用いた促進エージング試験でポリエステルフィルムを処理する：

- ランプのタイプ：1A（UVA340）（蛍光灯）；
- 露出サイクル：60（±3）の温度、乾燥した条件で8時間の紫外線照射（340nmで0.76W・m⁻²・nm⁻¹）を行った後、結露状態、温度50（±3）、相対湿度100%の雰囲気（消灯）で4時間のエージングを行う。露出サイクルは、最小で1000回まで行われる（以下の実施例の表を参照）。エージング試験後、フィルムの光安定性を特徴付けるために、破断点伸び（EB）の保持率およびデルタb*を測定する。

10

【0105】

COF

摩擦係数は、ASTM D1894に従って、水平の試験台、スレッド、およびスレッドと試験台との相対的な動きをもたらす駆動メカニズムからなる装置を使用して測定される。摩擦は、互いに接触して存在する2つの表面が滑動に対して発生させる抵抗を表す。

【0106】

両側を識別したポリエステルフィルムサンプルを切断した。プレート上に、ポリエステルサンプルの1つを「A」面を上にして貼り付けた。ポリエステルフィルムの別の断片を両面テープを使用して63.5×63.5mmおよび200gのスレッドに「B」面を下にして載せた。スレッドをガラスプレートの上面に設置し、負荷感知デバイスに貼り付けた。次いでスレッドを150mm/分でガラスプレート上のフィルムに引き寄せる。試験中に接触するのは、ポリエステルフィルム表面「B」に擦り合わされるポリエステルフィルム表面「A」のみであった。

20

【0107】

静止Fsおよび動的Fdの値を計算するのに使用される測定距離は、130mmの長さである。

滑動開始時の「閾値」に相当する静的摩擦係数μsは、方程式：

$$k_s = F_s / F_p$$

によって示され、式中、

Fsは、ニュートンでの静的摩擦力であり、

Fpは、ニュートン=1.96Nでスレッドの質量によって加えられる垂直力である。

30

【0108】

所与の速度での滑動中に持続する動摩擦係数μdは、方程式：

$$k_d = F_d / F_p$$

によって示され、式中、

Fdは、ニュートンでの動摩擦力であり、

Fpは、ニュートン=1.96Nでスレッドの質量によって加えられる垂直力である。

40

【0109】

粒子の中位径d50

粒子の中位径d50（μmで示される）を、標準的な方法を使用して、マルバーン（Malvern）製のマスターサイザー（masterSizer）でレーザーにより測定した。試験のために、試料をリン酸含有水（1g/lのNa₂P₂O₇・10H₂O）と共にセル中に置く。次いで試験デバイス中にセルを置く。試験手順は自動であり、d50値の数学的な決定を包含する。d50は、粒径の累積分布曲線によって決定される。50%の縦座標と分布曲線との交差点は、横座標軸上にd50値を直接示す。

【0110】

ヘイズ（濁度）

50

ヘイズは、サンプルによる光の拡散を特徴付ける。ヘイズが増加すればする程、透明性がより低くなる。ヘイズは、フィルム通過中のアークの2.50°より大きい平均量でフィルム表面に対して垂直から逸れる透過光のパーセンテージとして決定される。

【0111】

透過率またはTLT（全光線透過率）

光学的に、材料の透過率は、材料を通過する光束の割合である。これは透過係数とも称され、写真分野では透明性とも称される。

【0112】

0を入射光束、を光束の透過とすると、透過率は、以下の通りである：

【0113】

【数1】

$$T = \frac{\phi}{\phi_0}$$

【0114】

これは、全可視領域にわたり測定してもよいし（全光透過率またはTLT）または所与の波長周辺で測定してもよい。この透過率が波長に応じて変動すると、フィルターに色が出現する。透過率は一般的にパーセンテージとして示される（不透明な材料の場合は0%）。

【0115】

評価基準

加水分解によるエージング後の伸びの保持率

破断点伸びは、ASTM D-882に従って、1kNの検出器が備えられたインストロン（INSTRON）5543動力計を用いて測定される。流れ方向（MD）すなわちフィルムの縦方向で切断されたサンプルの寸法は、100×15mmに統一される。エージング前の破断点伸びは、100%に等しいとみなされる。

【0116】

破断点伸びの保持率は、エージング前のサンプルの破断点伸びの比率によって計算される。

破断点伸びの保持率は、PCT試験の60時間後に、高圧雰囲気格納容器であるSYSTEMEC VE-100で、121、100%のRHおよび2barの圧力下で測定される。サンプルは、以下の分類に従って評価される：

- A：保持率が60%またはそれより高い：優れたとみなされる；
- B：保持率が40～60%である：中程度とみなされる；
- C：保持率が40%未満である：不十分とみなされる。

【0117】

デルタb*

UVCONデバイスで曝露促進試験を行った後、フィルムの着色は、ミノルタのCM-508d分光比色計を用いた透過測定によってb*値として測定される。色の測定は、ISO7724(03/1988)(正反射を含む。D65光源下)に従ってなされ、屋外の曝露促進試験(UVCON中で1000時間)後のb*値と屋外の曝露促進試験前のb*値との差が計算される：

デルタb* = エージング後のb* - エージング前のb*。

【0118】

サンプルは、以下の分類に従って評価される：

- A：デルタb* < 2.0：有意に優れた光安定性；
- B：デルタb* 2～4：改善された光安定性；
- C：デルタb* > 4：不良な光安定性。

【0119】

10

20

30

40

50

透過率またはTTL（全光透過率）

TTLは、ASTM D-1003に従って、BYK-ガドナー（BYK-Gardner）のヘイズガードプラス（HazeGuard Plus）ヘイズメーターを使用して測定される。

【0120】

標的のフィルムは、透明であることを目的とする。標的のフィルムは、以下のTTL分類に従って評価される：

- A：TTL > 88%：優れたとみなされる；
- B：TTLが80～88%である：中程度とみなされる；
- C：TTL < 80%：不十分とみなされる。

【0121】

ヘイズ（濁度）

ヘイズは、ASTM D-1003に従って、ヘイズガード（Hazegard）（登録商標）XL211計測器（Bykガドナー製造）を使用して決定される。ヘイズ値が低ければ低い程、フィルムの光学特性はより優れている。

【0122】

本発明のフィルムは、以下の分類に従って評価される：

- A：ヘイズ < 2.5%：優れたとみなされる；
- B：ヘイズが2.5～3.5%である：中程度とみなされる；
- C：ヘイズ > 3.5%：悪いとみなされる。

【0123】

COF

摩擦係数は、ASTM D1894に従って測定される。摩擦は、ポリエステルフィルムの「C」面に対して滑動するポリエステルフィルムの「A」面の抵抗を表す（A面およびC面は図2で定義される）。

【0124】

本発明のフィルムは、以下の分類に従って動摩擦係数 μ_D を得ることを目的とする：

- A：動摩擦係数 $\mu_D < 0.50$ ：優れたとみなされ、そのフィルムは、取り扱いし易い；
- B：動摩擦係数 μ_D が0.50～0.65である：中程度とみなされる；
- C：動摩擦係数 $\mu_D > 0.65$ ：許容できないとみなされ、そのフィルムは取り扱いし難く、変換工程中にブロッキング現象を受ける。

【0125】

フィルムのグローバル平面SST（音波シート試験器）弾性率（GPSSM）

GPSSMは、ASTM F89-68に従って測定され、kgf/mm²で示される。

本発明のフィルムは、以下の分類に従ってGPSSMを得ることを目的とする：

- A：GPSSM > 450 kgf/mm²：優れたとみなされる；
- B：GPSSMが440～450 kgf/mm²である：中程度とみなされる；
- C：GPSSM > 440 kgf/mm²：許容できないとみなされる。

【0126】

剥離強度

ラミネートで使用した場合のフィルムの挙動を接着試験を用いて試験した。ラミネートが意図されたフィルムの側を、接着剤の沈着（5 μ m）の前に、コロナ処理する。ウレタン接着剤（Takerakku A-1106 / Takeneto A-23、6/1）を45 で45秒乾燥させる。サンプル（幅15mm）に50 で96時間のエージングを行う。

【0127】

剥離強度は、流れ方向（MD）での剥離角度を用いて200mm/分で測定される。

剥離強度は、以下の分類に従って決定される：

- A：剥離強度 > 5 N：優れた接着力；
- B：剥離強度が4～5 Nである：中程度の接着力；
- C：剥離強度 < 4 N：許容できない接着力。

10

20

30

40

50

【実施例】

【0128】

詳細な実施例

以下の実施例および比較例のフィルムは全て二軸延伸多層透明フィルムであり、ここでこのフィルムは、少なくとも2つのポリエステル層を含み、それぞれ二軸延伸透明PETであるPE1を含むコア層であり、二軸延伸透明PETであるPE2を含む少なくとも1つの外層である。2つの外層がある場合、それらは、同一でもよいしまたは異なってもよい。フィルムを、TLT、ヘイズ、耐加水分解性（伸びの保持率）、光安定性（デルタb*）、COFおよび接着力に関して評価した。そのために、ISO4892-3に係る試験条件下でのUVCON（アトラス）デバイスでの促進エージング試験、および高圧雰囲気格納容器であるSYSTEMEC VE-100での促進PCTエージング試験でフィルムを処理した

10

表1に結果を示す。

【0129】

実施例1

アルカリ金属リン酸塩を1.7モル/メートルトンの量で、およびリン酸をアルカリ金属リン酸塩の量の0.66倍（1モル当たり）の量で含み、COOH末端基の量が11当量/メートルトンであり、優れた長期耐加水分解性を有するPE（PE1）を有するポリエステル樹脂組成物の顆粒、紫外線吸収剤のマスタバッチ（UVMB）の顆粒およびポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない3層の透明フィルムを得た。延伸されていない3層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmetaに対応する低い吸熱ピークは、215で測定される。

20

【0130】

紫外線吸収剤のマスタバッチ（UVMB）は、20%チヌビン1577（登録商標）および0.80do/gより大きい固有粘度を有する80%ポリエチレンテレフタレート、および28当量/T未満のカルボン酸基濃度で構成される。

【0131】

ポリエステルPE2は、約0.2重量%の、少なくとも1種の金属化合物とPE2の前駆体PE2"の少なくとも1つのモノマーまたはオリゴマー単位との反応から生成する粒子を含有し、前記内部粒子は、より好ましくは2.2μmのd50を有する。

30

【0132】

1.5%の紫外線吸収剤（チヌビン1577（登録商標）BASF）を含んで得られた3層を有する透明フィルムは、0.695do/gの固有粘度IVおよび451kgf/mm²のグローバル平面弾性率（GPSM）を有する。フィルムの総厚さは50μmである。A層およびC層の厚さはそれぞれ0.3μmである。A層およびC層におけるPE2の比率は、40重量%である。

【0133】

このフィルムは、表1に提示される全ての性能レベルについてAクラスである。

40

実施例2

実施例1で使用されたものと同様な優れた長期耐加水分解性を有するPE（PE1）を有するポリエステル樹脂組成物の顆粒、紫外線吸収剤のマスタバッチ（UVMB）の顆粒およびポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない3層の透明フィルムを得た。延伸されていない3層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmetaに対応する低い吸熱ピークは、213で測定される。

【0134】

紫外線吸収剤のマスタバッチ（UVMB）は、実施例1で使用されたものと同様なあ

50

る。

ポリエステルPE2は、実施例1で使用されたものと同一である。

【0135】

1.5%の紫外線吸収剤(チヌピン1577(登録商標)BASF)を含んで得られた3層を有する透明フィルムは、0.694 do/gの固有粘度IVおよび452 kgf/mm²のグローバル平面弾性率(GPSM)を有する。フィルムの総厚さは50 μmである。A層およびC層の厚さは、それぞれ0.6 μmである。A層およびC層におけるPE2の比率は、25重量%である。

【0136】

このフィルムは、表1に提示される全ての性能レベルについてAクラスである。

10

実施例3

実施例1で使用されたものと同一な優れた長期耐加水分解性を有するPE (PE1)を有するポリエステル樹脂組成物の顆粒、紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)の顆粒およびポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない2層の透明フィルムを得た。延伸されていない2層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmetaに対応する低い吸熱ピークは、214 で測定される。

【0137】

紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)は、実施例1で使用されたものと同一である。

20

ポリエステルPE2は、実施例1で使用されたものと同一である。

【0138】

1.5%の紫外線吸収剤(チヌピン1577(登録商標)BASF)を含んで得られた2層の透明フィルムは、0.695 do/gの固有粘度IVおよび451 kgf/mm²のグローバル平面弾性率(GPSM)を有する。フィルムの総厚さは50 μmである。外層Aの厚さは、1.2 μmである。A層およびC層におけるPE2の比率は、25重量%である。

【0139】

このフィルムは、表1に提示される全ての性能レベルについてAクラスである。

30

実施例4

アルカリ金属リン酸塩を1.7モル/メートルトンの量で、およびリン酸をアルカリ金属リン酸塩の量の0.66倍(1モル当たり)の量で含み、COOH末端基の量が11当量/メートルトンであり、優れた長期耐加水分解性を有するPE のPE1を有するポリエステル樹脂組成物の顆粒、ポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない2層の透明フィルムを得た。延伸されていない2層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmetaに対応する低い吸熱ピークは、215 で測定される。

【0140】

ポリエステルPE2は、約0.2重量%の、少なくとも1種の金属化合物とPE2の前駆体PE2”の少なくとも1つのモノマーまたはオリゴマー単位との反応から生成する粒子を含有し、前記内部粒子は、より好ましくは2.2 μmのd50を有する。

40

【0141】

得られた2層の透明フィルムは、0.695 do/gの固有粘度IVおよび451 kgf/mm²のグローバル平面弾性率(GPSM)を有する。フィルムの総厚さは50 μmである。外層Aの厚さは1.2 μmである。A層におけるPE2の比率は、25重量%である。

【0142】

フィルムの黄変は許容できない程度であり、デルタb*は1000時間のエージングの

50

後に4であった。

表1に結果を示す。

【0143】

実施例5

実施例1で使用されたものと同様な優れた長期耐加水分解性を有するPE (PE1)を有するポリエステル樹脂組成物の顆粒、紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)の顆粒およびポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない3層の透明フィルムを得た。延伸されていない3層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmeta 10
に対応する低い吸熱ピークは、213で測定される。

【0144】

紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)は、実施例1で使用されたものと同である。

ポリエステルPE2は、実施例1で使用されたものと同である。

【0145】

1.5%の紫外線吸収剤(チヌピン1577(登録商標)BASF)を含んで得られた3層を有する透明フィルムは、0.695do/gの固有粘度IVおよび452kgf/mm²のグローバル平面弾性率(GPSM)を有する。フィルムの総厚さは50μmである。A層およびC層の厚さは、それぞれ0.3μmである。A層およびC層におけるPE 20
2の比率は、90重量%である。

【0146】

フィルムの透明性は許容できない程度であり、ヘイズ値は4%であった。

表1に結果を示す。

実施例6

アルカリ金属リン酸塩を含まず、COOH末端基の量が34当量/メートルトンであるポリエステル樹脂組成物の顆粒PE (PE1)、紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)の顆粒およびポリエステルPE2の顆粒を乾燥させ、回転式冷却ドラム上でフラットダイを介して融解させ、押し出して、延伸されていない3層の透明フィルムを得た。延伸されていない3層の透明フィルムを、所与の延伸温度Tsでの縦方向および横方向の延伸 30
に供し、最後に熱固定および耐加水分解性の制御の目的で熱固定温度Thに晒した。Tmetaに対応する低い吸熱ピークは、213で測定される。

【0147】

紫外線吸収剤のマスターバッチ(UVMB)は、実施例1で使用されたものと同である。

ポリエステルPE2は、実施例1で使用されたものと同である。

【0148】

1.5%の紫外線吸収剤(チヌピン1577(登録商標)BASF)を含んで得られた3層を有する透明フィルムは、0.58do/gの固有粘度IVおよび452kgf/mm²のグローバル平面弾性率(GPSM)を有する。フィルムの総厚さは50μmである。A層およびC層の厚さはそれぞれ4μmである。A層およびC層におけるPE 40
2の比率は、12重量%である。

【0149】

フィルムの透明性を平均したところ、3.35%のヘイズ値であった。

Cofが測定できないため(kd>1)、フィルムは取り扱い不可能である。

高圧雰囲気格納容器であるSYSTEMECVE-100での60時間の促進PCT試験後にMD方向(流れ方向)で測定された破断点伸びの保持率は、9%(60時間のPCT)である。フィルムの耐加水分解性は、例えば光起電力適用にとって許容できない。

【0150】

表1に結果を示す。

10

20

30

40

50

【 0 1 5 1 】

【 表 2 】

表1

必要条件	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
	1	2	3	4	5	6
TLT	A	A	A	A	B	A
ヘイズ	A	A	A	A	C	B
MDでの伸びの保持 (60時間のPCT)	A	A	A	A	A	C
デルタb* (1000時間の紫外線エー ジング)	A	A	A	C	A	A
COF	A	A	A	A	A	
剥離強度	A	A	A	A	B	A

10

【 0 1 5 2 】

当然ながら、本発明は、本明細書の上記で説明され示された実施態様に限定されないが、本発明の範囲を逸脱することなく他の様式および実施態様を提供するのに使用することができる。

本発明は以下の発明の開示を包含する。

20

[1]

二軸延伸透明多層フィルムであって、

それぞれ同一でもよいまたは異なってもよいコア層と少なくとも1つの外層との、少なくとも2層のポリエステルを含み、

ここで、

i) 少なくともコア層は、少なくとも二軸延伸透明ポリエステルPE1、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートを含有し、

ii) 外層の少なくとも1つは、少なくとも二軸延伸ポリエステルPE2、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートを含み、他方では、少なくとも1種の金属化合物と少なくともPE2の前駆体PE2"のモノマーまたはオリゴマー単位との反応から生成した一部の粒子を含み、前記粒子は、 μm で、好ましくは0.5~5.0、より好ましくは1.0~4.0、さらにより好ましくは1.5~3.0で構成されるd50を有する、上記フィルム。

30

[2]

PE1が、ポリエステルPE、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートであり、

・アルカリ金属リン酸塩を1.3モル/トン~3.0モル/トンの濃度で含み、一部のリン酸をアルカリ金属リン酸塩の濃度の0.4~1.5倍(1モル当たり)の濃度で含み、

・飽和蒸気下において155で4時間行われた湿式加熱処理の前および後の間のPE1におけるCOOHの増加は、90当量/トンまたはそれ未満である、[1]に記載のフィルム。

40

[3]

PE1が、PEとは異なり、ポリエステルPE、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートである、[1]または[2]に記載のフィルム。

[4]

外層の少なくとも1つが、少なくともPE2、ならびに少なくともPEおよび/または少なくともPEを含む、[1]~[3]のいずれか一項に記載のフィルム。

[5]

50

PE 1 および PE 2 の量ならびに各層の厚さが、
・フィルムへのイズが、3.0 未満かまたはそれに等しく、好ましくは 2.5 未満かまたはそれに等しく、
・Kd (動摩擦係数) が、0.65 より少ないかまたはそれに等しく、好ましくは 0.55 より少ないかまたはそれに等しく、より好ましくは 0.50 より少ないかまたはそれに等しい
ように選択される、[1] ~ [4] のいずれか一項に記載のフィルム。

[6]
層の少なくとも 1 つ、好ましくは外層の少なくとも 1 つが、少なくとも光安定剤を含む、[1] ~ [5] のいずれか一項に記載のフィルム。

10

[7]
内部粒子を形成するために PE 2 の前駆体 PE 2 " の少なくとも 1 つのモノマーまたはオリゴマー単位と反応することができる金属化合物が、
・カルボン酸の金属塩、リン酸から生成した有機リン化合物、およびそれらのブレンドを含む群、好ましくはそれらで構成される群；
・好ましくは、酢酸の金属塩、特に酢酸リチウムおよび酢酸カルシウムおよびリン酸トリメチルを含む下位群、好ましくはそれらで構成される下位群
から選択される、[1] ~ [6] のいずれか一項に記載のフィルム。

[8]
PE 2 が、固相ポスト縮合により、少なくとも 1 種のポリエステル PE 2 "、好ましくは芳香族ポリエステル、より好ましくはポリエチレンテレフタレートから得られる、[1] ~ [7] のいずれか一項に記載のフィルム。

20

[9]
コア層、およびコア層の一方の側に少なくとも 1 つの外層、およびコア層の逆側に少なくとも 1 つの外層を含む、[1] に記載のフィルム。

[10]
[1] ~ [9] のいずれか一項に記載の二軸延伸多層ポリエステルフィルムの製造方法であって、

(i) [1] ~ [9] のいずれか一項に記載の少なくとも 1 種の PE 1 および少なくとも 1 種の PE 2 を合成または用意すること；

30

(i i) 場合によってポリエステルを予備乾燥すること；

(i i i) ポリエステルを加熱して、それらを溶融させて可鍛性にすること；

(i v) 溶融させたポリエステルを押し出し、好ましくはフラットダイを介して、それらを多層フィルムに使用すること；

(v) 好ましくは冷却ドラムで、多層フィルムを迅速に冷却 (クエンチ) し、凝固させること；

(v i) 所与の延伸温度 T_s で多層フィルムの縦方向および横方向に二軸延伸すること；

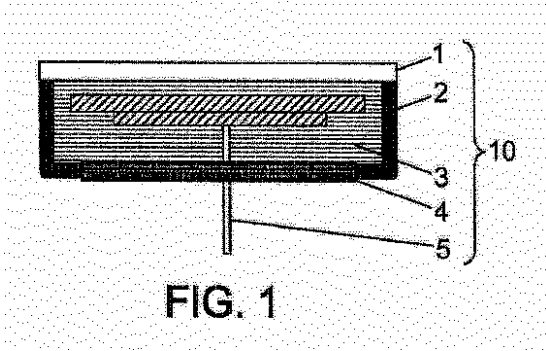
(v i i) 所与の加熱温度 T_h で二軸延伸フィルムを加熱することを含む、前記製造方法。

40

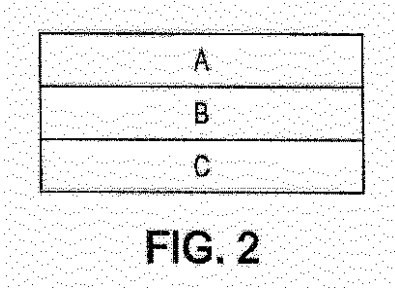
[11]
[1] ~ [9] のいずれか一項に記載のフィルムまたは [10] に記載の方法により得られたフィルムを含むラミネート。

[12]
裏面 (バックシート) に、[10] に記載の方法によって入手可能な [1] ~ [9] のいずれか一項に記載のフィルム、または [11] に記載のラミネートが含まれる、透明な光起電力パネル。

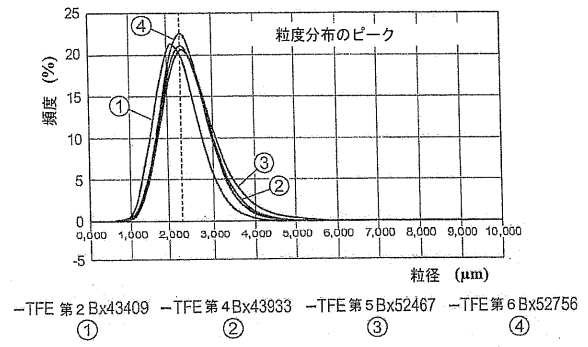
【図1】



【図2】



【図3】



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
B 2 9 L 9/00 (2006.01) B 2 9 L 9:00

(74)代理人 100196597

弁理士 横田 晃一

(72)発明者 ラクランプ, ヴァレリー

フランス国 6 9 3 9 0 ヴェルネゾン, ルット・デ・コンダミンヌ 5 2 4

審査官 増田 亮子

(56)参考文献 国際公開第 2 0 1 1 / 0 5 2 2 9 0 (W O , A 1)

特開 2 0 0 3 - 1 8 2 0 1 2 (J P , A)

特開 2 0 1 2 - 0 5 7 0 2 1 (J P , A)

特開 2 0 1 2 - 0 4 1 5 2 0 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 3 2 B 2 7 / 3 6

H 0 1 L 3 1 / 0 4 9