

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2006 年12 月14 日 (14.12.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/132244 A1

- (51) 国際特許分類:
B29C 55/12 (2006.01) B29L 7/00 (2006.01)
B32B 27/36 (2006.01) B29L 9/00 (2006.01)
B29K 67/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2006/311328
- (22) 国際出願日: 2006 年6 月6 日 (06.06.2006)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2005-169132 2005 年6 月9 日 (09.06.2005) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東レ株式会社 (TORAY INDUSTRIES, INC.) [JP/JP]; 〒1038666 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 黒氏 好二 (KUROUJI, Koji) [JP/JP]; 〒5032305 岐阜県安八郡神戸町大字神戸1419番地 Gifu (JP). 栗原 務 (KURIHARA, Tsutomu) [JP/JP]; 〒5032305 岐阜県安八郡神戸町大字神戸1419番地 Gifu (JP). 川治 直樹 (KAWAJI, Naoki) [JP/JP]; 〒5030877 岐阜県大垣市御殿町1丁目59-604 Gifu (JP).
- (74) 代理人: 小川 信一, 外(OGAWA, Shin-ichi et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門2丁目6番4号 虎ノ門11森ビル小川・野口・斎下特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCTION OF BIAXIALLY ORIENTED POLYESTER FILM

(54) 発明の名称: 二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法

(57) Abstract: A process for producing a polyester film which is effectively reduced in the disadvantageous lengthwise and widthwise heat shrinkages inherent in biaxially oriented film and which is excellent in flatness and mechanical characteristics. More specifically, a process for the production of biaxially oriented polyester film which comprises subjecting a biaxially oriented polyester film which has been oriented in the lengthwise and widthwise directions and heat-treated to widthwise relaxation and lengthwise relaxation by a method of shortening the clip intervals, wherein the biaxially oriented polyester film is held under stretching between the widthwise relaxation step and the lengthwise relaxation step.

(57) 要約: 本発明は、二軸延伸フィルムの宿命である熱収縮特性を持つという不都合を、フィルムの長手方向と幅方向の双方の方向において、効果的に低減させ、かつ、平面性と機械特性に優れたポリエステルフィルムの製造法を提供する。本発明の方法は、フィルムの長手方向と幅方向に延伸され、熱処理を施された二軸延伸ポリエステルフィルムに、幅方向のリラックス処理とクリップ間隔を狭くする方法による長手方向のリラックス処理を施すに当たり、該幅方向のリラックス処理工程と該長手方向のリラックス処理工程の間に、該二軸延伸ポリエステルフィルムを緊張下に保持することを行う二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法である。

WO 2006/132244 A1

明 細 書

二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法

技術分野

- [0001] 本発明は、熱収縮が小さく、平面性に優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する方法に関するものである。

背景技術

- [0002] 縦方向と横方向の二軸方向に延伸されたポリエステルフィルムは、機械的特性に優れているため、さまざまな分野に利用されている。ポリエステルフィルムを構成するポリエステルの中でも、特に、ポリエチレンテレフタレート(以下、PETと称することがある)やポリエチレン2,6-ナフタレート(以下、PENと称することがある)は、その機械的特性と熱的特性に優れており、特に、PETは低価格であることなどから、より広い分野で用いられている。
- [0003] ここで、二軸方向に延伸されたポリエステルフィルムにおいては、フィルムを延伸して分子配向させることにより、強度などの機械特性を向上させている。しかしながら、このような二軸延伸ポリエステルフィルムは、逆に歪みが分子鎖に残留するため、熱をかけることにより、分子鎖の歪みが開放され、収縮するという性質を持っている。
- [0004] 一般に、このような熱収縮特性を有していることは、該二軸延伸ポリエステルフィルムを工業用途などにおいて利用する場合に、障害になることが多い。
- [0005] そこで、二軸延伸後に、テンタの中で熱処理(熱固定とも呼ばれる)を行うことによって、この分子鎖の歪みを開放することが行われている。その場合、一般に、この熱処理温度に応じて熱収縮量は低下していくが、この熱処理だけでは完全に該歪みを除去することはできないのが通常であった。
- [0006] そこで、この残留歪みを除去する方法として、テンタのレーン幅を先細りになるようにして、フィルムの幅方向に若干収縮させる方法が、採用されている場合がある。
- [0007] しかしながら、この方法では、機械方向、すなわち、フィルム長手方向の残留歪みは除去できない。このため、フィルム長手方向の残留歪みを除去する方法について、従来からいろいろな方法が検討されてきた。

- [0008] 例えば、テンタのクリップ間隔が徐々に狭くなるようにしながらフィルムを走行させ、それにより、フィルムの長手方向にリラックス処理をするという方法が提案されている(特許文献1参照)。
- [0009] また、フィルムを緊張下に210℃以下の温度まで冷却した後、該フィルムを徐冷しながら機械方向に2.5%以下、幅方向に5.0%以下のリラックス処理をするという方法が提案されている(特許文献2参照)。
- [0010] しかしながら、特許文献1の方法では、リラックス量を大きくするとリラックス処理前のクリップ間隔が広くなり、フィルムのクリップ把持部と非把持部の物性のむらが大きくなるという問題があった。
- [0011] また、フィルムをいったん巻き取った後に、ゆっくり巻き出しながらオープンで加熱処理し、その際にフィルムの長手方向に走行速度差をつけてリラックス処理を行う方法が行われている場合もあるが、この方法では、リラックス加工を行なう分、コストが高くなるという問題があった。
- [0012] また、特許文献2の方法では、近年、特に高まってきた平面性に対する要請を十分に満たすものを製造することができないという問題があった。
- [0013] すなわち、近年、例えば、ディスプレイの部材として用いられる光学フィルムは、フラットパネルディスプレイ(FPD)の大型化に伴い、広幅で加工することが必要となってきたため、搬送性や加工時のゆがみなどに対する要求が、特に厳しくなっているのである。

特許文献1:特公平4-28218号公報(第2頁)

特許文献2:特許第3539588号公報(第3～5頁)

発明の開示

- [0014] 本発明の目的は、上述したような点に鑑み、二軸延伸ポリエステルフィルムの宿命である熱収縮特性を、フィルムの長手方向と幅方向において、安価なプロセスで、十分に低減させ、かつ、平面性と機械特性に優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する方法を提供すること、特に、フラットパネルディスプレイ用途などに好適な二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する方法を提供することにある。
- [0015] 上記目的を達成する本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法は、以下

の(1)の構成からなるものである。

- [0016] (1)フィルムの長手方向と幅方向に延伸され、熱処理を施された二軸延伸ポリエステルフィルムに、幅方向のリラックス処理と、クリップ間隔を狭くする方法による長手方向のリラックス処理を施すに当たり、該幅方向のリラックス処理工程と該長手方向のリラックス処理工程の間に、該二軸延伸ポリエステルフィルムを緊張下に保持することを行うことを特徴とする二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [0017] また、かかる本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法において、より具体的に好ましくは、以下の(2)～(5)のいずれかの構成からなるものである。
- [0018] (2)前記幅方向のリラックス処理後、前記緊張下に保持することを行い、次いで、前記長手方向のリラックス処理を施すことを特徴とする上記(1)記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [0019] (3)前記長手方向のリラックス処理後、前記緊張下に保持することを行い、次いで、前記幅方向のリラックス処理を施すことを特徴とする上記(1)記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [0020] (4)前記緊張下に保持することを行うに際して、前記二軸延伸ポリエステルフィルムを1秒以上30秒以下の時間、該緊張下に保持することを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [0021] (5)前記二軸延伸されたポリエステルフィルムとして、少なくとも片面に、ポリエステル系樹脂、アクリル系樹脂、ウレタン系樹脂およびポリアミド系樹脂からなる群から選択された1種以上の樹脂を主成分とする樹脂層が形成されてなる積層構造を有するものを用いることを特徴とする上記(1)～(4)のいずれかに記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [0022] 上述した本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法によれば、熱収縮率が小さく、平面性に優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを効率よく、また、大きなコストアップを招くことなく製造することができる。
- [0023] 本発明の製造方法により得られる二軸延伸ポリエステルフィルムは、熱収縮特性や平面性などの問題が生じることがない極めて優れたものであり、そのような特質を利用して、例えば、特に、フラットパネルのディスプレイ用部材などの光学用フィルムとし

て有用に用いることができる。

発明を実施するための最良の形態

[0024] 以下、本発明のポリエステルフィルムの製造方法を実施するための最良の形態について、詳細に説明する。

[0025] 本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法は、フィルムの長手方向と幅方向に二軸延伸されたポリエステルフィルムに熱処理を施し、次いで、幅方向のリラックス処理と、クリップ間隔を狭くする方法による機械方向のリラックス処理を施すに当たり、該幅方向のリラックス処理工程と該長手方向のリラックス処理工程の間において、ポリエステルフィルムをいったん緊張下に保持することを行うものである。

[0026] 本発明において用いられる二軸延伸されたポリエステルフィルムとは、フィルムの機械方向(フィルム長手方向)と、該機械方向と直角な方向(幅方向)に、延伸を行って得られたフィルムをいう。具体的には、ポリエステルのシート状に熔融押出した実質的に無配向なフィルムを、長手方向に延伸した後に幅方向に延伸して得られたもの、あるいは、幅方向に延伸した後に長手方向に延伸して得られたもの、更にあるいは、長手方向と幅方向に同時に延伸して得られたもの等が挙げられ、また、長手方向の延伸と幅方向の延伸を、複数回組み合わせて行って得られたものであってもよい。

[0027] 特に、同時二軸延伸により得られた二軸延伸ポリエステルフィルムは、逐次二軸延伸で得られた二軸延伸ポリエステルフィルムに比べて、異方性が少なく、また、ポリエステルフィルム製造の工程中でロールに接触する機会が逐次二軸延伸に比べて少ないために、表面の欠点も少なく、本発明に用いられるフィルムとして特に好ましいものである。

[0028] 本発明の方法においては、二軸延伸された該ポリエステルフィルムに、低熱収縮性と平面性を付与するために、熱処理を行う必要がある。しかし、熱処理だけでは、十分な低熱収縮性と平面性が一般には得られない。すなわち、一般に、高温状態から冷却することにより、高温時の熱膨張分が冷却するにつれ、可逆的に収縮するため、歪みが蓄積され、ガラス転移温度から150℃までのような範囲での熱収縮が付加されるようになる。そこで、この熱収縮を抑えるために、テンタ内での熱処理から冷却する工程において、この冷却に伴う可逆収縮分を吸収するようにリラックス処理を施すこ

とが重要である。そこで、熱処理後にテンターのレール幅を縮める幅方向(TD方向)のリラックス処理と、クリップ間隔を縮める長手方向(MD方向)のリラックス処理を行うことが重要となるが、TD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理を同時に行ったり、TD方向リラックス処理とMD方向リラックス処理を連続的に行ったりしただけでは、十分な低熱収縮性、平面性が得られないのである。

- [0029] 本発明者らは、鋭意検討した結果、(a)二軸延伸されたポリエステルフィルムの熱処理後に、テンターのレール幅を縮めてまずTD方向にリラックス処理を行い、その後、該ポリエステルフィルムを緊張下に保持し、その直後に、クリップ間隔を縮めてMD方向にリラックス処理を行うことにより、低熱収縮性と平面性を両立させたポリエステルフィルムが得られることを見出した。
- [0030] あるいは、上述の2つの方向のリラックス処理は、必ずしも上記(a)の順番のとおりに行う必要はなく、逆の順番でも良く、すなわち、(b)二軸延伸されたポリエステルフィルムの熱処理後に、クリップ間隔を縮めてまずMD方向にリラックス処理を行い、その後、該ポリエステルフィルムを緊張下に保持し、その直後に、テンターのレール幅を縮めてTD方向にリラックス処理を行うことにより、同様に、低熱収縮性と平面性を両立させたポリエステルフィルムが得られることを見出した。
- [0031] すなわち、上記の(a)または(b)のいずれかの製造方法を採用することにより、優れた低熱収縮性と優れた平面性とを両立させた二軸延伸ポリエステルフィルムを製造することができることを見出したものである。
- [0032] 上述した本発明の方法において、「幅方向のリラックス処理」とは、ある温度条件のもとで、フィルムを幅方向に縮める処理をいう。この「幅方向のリラックス処理」は、例えば、上記のように、フィルムをクリップで把持しながら走行しているテンターのレール幅を縮めることで行うことができる。それ以外でも、いったん巻き取ったフィルムをロールの状態のまま、ある温度雰囲気においておくことで行うこともできる。本発明の方法においては、この「幅方向のリラックス処理」は、実際のフィルム製造工程中において、フィルムを連続走行させながら行うことを技術趣旨とするものであるから、テンターのレール幅を縮めることによりフィルムを幅方向に縮めることが、最も実的に好ましい方法である。

- [0033] また、「長手方向のリラックス処理」とは、ある温度条件のもとで、フィルムを長手方向に縮める処理をいう。さらに、特に「クリップ間隔を狭くする方法による長手方向のリラックス処理」とは、クリップ間隔を狭くする機構を持つテンタにおいて、フィルムを把持しているクリップの速度を徐々に遅くすることによりクリップ間隔を狭くしていき、フィルムを長手方向に縮める処理をいう。これ以外にも「長手方向のリラックス処理」としては、いったん巻き取ったフィルムを巻き出して、オープンを通過させて巻き出し速度よりも遅い速度で再度巻き取る方法がある。また、テンタ出口でロールによりフィルムを引き取るに際し、テンタ出口から供給されるフィルムの速度よりも、ロールの引き取り速度を遅くする方法もある。本発明の方法においては、この「長手方向のリラックス処理」は、実際のフィルム製造工程中において、フィルムを連続走行させながら行うことを技術趣旨とするものであり、さらに、前記のテンタ出口でリラックス処理を施す方法では、リラックス処理中のフィルムの温度制御が一般に難しいことから、クリップ間隔を狭くすることによりフィルムを長手方向に縮めることが、最も实际的で好ましい方法である。
- [0034] これらのリラックス処理は、熱処理工程の後で実施されるので、該リラックス処理を行う温度条件は、80℃以上で、かつ該熱処理の温度以下の条件で行うものである。
- [0035] また、本発明の方法において、上述した2つのリラックス処理工程を行う際の間工程として設けられる該二軸延伸ポリエステルフィルムの「緊張下の保持」とは、テンタのレール幅をTD方向に縮めたり延ばしたりすることなく、かつ、MD方向にクリップ間隔を縮めたり延ばしたりすることなく、オープン中でフィルムを搬送させることをいう。従って、本発明でいう上述リラックス処理に該当するような条件や延伸処理に該当するような条件での保持は、たとえフィルムに緊張状態が生じていたとしても、含まれないものである。すなわち、テンタのレール幅をTD方向に縮めたりあるいは延ばしたりする場合、または、MD方向にクリップ間隔を縮めたりあるいは延ばしたりする場合には、たとえ、フィルムに対して緊張する力が加わるような場合であっても、本発明にいう「緊張下」には該当しないものである。
- [0036] また、「緊張下の保持」の「保持」は、実際のフィルム製造工程中において、フィルムを連続走行させながら行うことを技術趣旨とするものであるから、テンタ内でフィルム

をクリップで把持し、TD方向のレール幅と、MD方向のクリップ間隔を一定状態にして、フィルムを走行させることが、最も実際的で好ましい方法である。

[0037] また、この「緊張下の保持」は、温度条件は、TD方向のリラックス処理の温度条件とMD方向のリラックス処理の温度条件に対して、急激な温度変化をさせることなく、それぞれのリラックス処理の温度条件の間の温度で行うものである。従って、1つのテンタ内でフィルムを搬送させながら、リラックス処理と「緊張下の保持」を行うことが重要である。

[0038] 本発明の方法において、緊張下に保持をする時間としては、好ましくは1秒以上、より好ましくは2秒以上であることであり、該時間を緊張下に保持することにより、上述したTD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理とを、本発明の所期の効果をより大きく発揮させて行うことができる。

[0039] フィルムを保持する時間は、フィルムの走行速度と緊張下での保持ゾーンのゾーン長さにより異なるが、保持時間の上限は効率的には30秒位とするのが好ましいものである。

[0040] 本発明においては、二軸延伸されたポリエステルフィルムの熱収縮特性と平面性を満足するために、MD方向のリラックス率は、好ましくは0.5%以上5%以下とするのがよく、より好ましくは1%以上2%以下である。

[0041] ここでの「MD方向のリラックス率」とは、クリップなどの周期的に並んだ把持具の1ユニットの長手方向の中心間距離の縮む割合であり、長手方向のリラックス処理を開始する直前のフィルム搬送速度を V_i とし、長手方向のリラックス処理を終えた直後のフィルム搬送速度を V_f としたときに、次式(1)で表される値である。

$$\text{MD方向のリラックス率(\%)} = \{(V_i - V_f) / V_i\} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

[0042] また、TD方向のリラックス率は、好ましくは1%以上12%以下とするのがよく、より好ましくは3%以上8%以下である。

[0043] ここでの「TD方向のリラックス率」とは、フィルムが幅方向に縮む割合であり、幅方向のリラックス処理を開始する直前のフィルム幅を L_i とし、幅方向のリラックス処理を終えた直後のフィルム幅を L_f としたときに、次式(2)で表される値である。

$$\text{TD方向のリラックス率(\%)} = \{(L_i - L_f) / L_i\} \times 100 \quad \cdots \cdots (2)$$

- [0044] 熱処理温度は、好ましくは215℃以上255℃以下であり、さらに好ましくは225℃以上245℃以下である。TD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理を終える温度は、好ましくは200℃から80℃の間であり、より好ましくは160℃から120℃の間である。
- [0045] 本発明の方法において、緊張下に保持する時間を、好ましくは1秒以上、より好ましくは2秒以上にすることにより、TD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理を確実に分離することができて、TD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理が干渉することなく、TD方向の分子鎖の歪みとMD方向の分子鎖の歪みを開放させることができ、明確なメカニズムについてはいまだ不明な点もあるが、該両方向の分子鎖の歪みの開放を効果的に行なうことができたという理由により、熱収縮特性を顕著に向上させることができたものと考えられる。
- [0046] 仮に、TD方向のリラックス処理とMD方向のリラックス処理を同時に行うと、本発明者等の各種知見によれば、MD方向のリラックス処理はほとんど効果を奏することがなく、その結果、MD方向の熱収縮率はほとんど低下しないので好ましくない。
- [0047] なお、緊張下に保持する時間が30秒以上と長い場合としては、緊張下での保持ゾーンが長い場合か、もしくは、製膜速度が遅い場合が考えられるが、前者の場合は、オープンが不必要に長くなり、エネルギーコストがかさむ点では好ましくなく、あるいは、後者の場合は、生産性において劣るという点で好ましくない。
- [0048] 本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法で得られる二軸延伸されたポリエステルフィルムの厚みは、特に限定はされないが、光学用フィルムなどの工業材料用途に好適な厚みは、好ましくは50 μ m以上500 μ m以下であり、より好ましくは70 μ m以上360 μ m以下である。
- [0049] 従って、工業材料用途に用いるフィルムを製造しようとする場合には、好ましくは、厚さ50 μ m以上500 μ m以下、より好ましくは70 μ m以上360 μ m以下である二軸延伸ポリエステルフィルムとして製造することが好ましい。
- [0050] 本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法で得られる二軸延伸ポリエステルフィルムのヘイズ値は、5%以下でかつ全光線透過率が86%以上であることが好ましく、より好ましくはヘイズ値は3%以下で、かつ全光線透過率が88%以上であり、

さらに最も好ましくはヘイズ値が1%以下で、かつ全光線透過率が90%以上のものである。

[0051] ヘイズ値と全光線透過率の値が上述した範囲内にある場合、光学用フィルムなどの工業材料用途に好適である。ヘイズ値は、フィルム原料に添加する粒子の添加率を適宜に変えることにより制御することができる。また、全光線透過率は、そのような粒子の添加率に加えて、コーティング層に用いる材料の処方を適宜に変えることで制御することができる。

[0052] また、本発明の製造方法により得られる二軸延伸ポリエステルフィルムのMD方向とTD方向のそれぞれの収縮率の値は、150℃の温度(乾熱)で30分間自由状態下に放置したときの値として、好ましくは0.8%以下であり、より好ましくは0.5%以下であり、さらに好ましくは0.3%以下である。

[0053] なお、ここでいう「MD方向の収縮率」とは、フィルムをMD方向に長さ L_{MDO} の間隔で2点をマーキングして、150℃の温度に加熱されたオープン中で30分間処理し、その後、室温(23℃)、相対湿度65%で十分に放冷した後のマーキング間隔を L_{MD} としたときに、

$$\text{MD方向の収縮率(\%)} = \{ (L_{MDO} - L_{MD}) / L_{MDO} \} \times 100$$

の定義式により算出される値である。

[0054] 「TD方向の収縮率」とは、フィルムをTD方向に長さ L_{TDO} の間隔で2点をマーキングして、150℃の温度に加熱されたオープン中で30分間処理し、その後、室温(23℃)、相対湿度65%で十分に放冷した後のマーキング間隔を L_{TD} としたときに、

$$\text{TD方向の収縮率(\%)} = \{ (L_{TDO} - L_{TD}) / L_{TDO} \} \times 100$$

の定義式により算出される値である。

[0055] 以下、本発明で用いられるポリエステルフィルムなどについて、一般的な説明をする。

本発明で用いられるポリエステルフィルムを構成するポリエステルとは、ジオールとジカルボン酸とから縮重合により得られるポリマであり、ジカルボン酸は、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、ナフタレンジカルボン酸、アジピン酸およびセバチン酸などで代表されるものであり、また、ジオールは、エチレングリコール、トリメチレングリ

コール、テトラメチレングリコールおよびシクロヘキサンジメタノールなどで代表されるものである。

- [0056] かかるポリエステルとしては、具体的には、例えば、ポリメチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート、ポリエチレン-p-オキシベンゾエート、ポリ-1, 4-シクロヘキサンジメチレンテレフタレート、およびポリエチレン-2, 6-ナフタレートなどが挙げられる。もちろん、これらのポリエステルは、ホモポリマであってもコポリマであってもよく、共重合成分としては、例えば、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコールおよびポリアルキレングリコールなどのジオール成分や、アジピン酸、セバチン酸、フタル酸、イソフタル酸および2, 6-ナフタテンジカルボン酸などのジカルボン酸成分が挙げられる。
- [0057] 本発明の場合、機械的強度、耐熱性、耐薬品性および耐久性などの観点から、特に、ポリエチレンテレフタレートとポリエチレン-2, 6-ナフタレートが好ましく、中でも、低価格という点でポリエチレンテレフタレートが最も好ましく用いられる。
- [0058] また、このポリエステルの中には、必要に応じ、各種の添加剤、例えば、酸化防止剤、帯電防止剤、結晶核剤、無機粒子および有機粒子などが添加されていてもよい。
- [0059] また、本発明において、ポリエステルフィルムは、積層構造をとっていることも好ましい態様である。積層構造としては、ポリマの共押出による積層や、ポリエステルフィルム基材上に塗液を塗布する積層などによる積層構造が挙げられる。後者の塗液の塗布による工程は、ポリエステルフィルム基材の延伸の前、延伸工程の途中、あるいは延伸・熱処理を行った後など必要に応じて選ぶことができるが、延伸の前や延伸工程の途中などフィルム製造工程内で行うことにより、工程の簡略化を図ることができる。
- [0060] ポリエステルフィルム基材上への塗液の塗布方法としては、各種の塗布方法、例えば、リバースコート法、グラビアコート法、ロッドコート法、バーコート法、マイヤーバーコート法、ダイコート法およびスプレーコート法などを用いることができる。特に限定はされないが、塗布により形成されるコーティング膜(樹脂層)の塗布の均一性や接着性を考慮して、ポリエステルフィルム基材の表面に事前にコロナ放電を施しても構わ

ない。

- [0061] これらの積層構造は、主に、その用途に応じた表面特性を付与するために行われる。例えば、インクやトナーなどの易接着性を付与したり、静電気を抑える帯電防止性などの特性を付与することが可能である。
- [0062] また、本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムを光学用フィルム基材として使用する場合には、プリズムレンズ加工、ハードコート加工および反射防止加工などの後加工処理する材料との優れた易接着性が必要となる。
- [0063] このような後加工処理の相手材料とポリエステルフィルムとの接着性を改良するために、二軸延伸されたポリエステルフィルムの少なくとも片面に、ポリエステル系樹脂、アクリル系樹脂、ウレタン系樹脂およびポリアミド系樹脂を主成分とする群から選択された1種以上の樹脂を主成分とする組成物からなる高分子易接着層（樹脂層）を設けることが好ましい。この高分子易接着層の中には、各種添加剤、例えば、酸化防止剤、結晶核剤、無機粒子および有機粒子などが添加されていてもよい。特に、多孔質シリカは、易接着層の樹脂と屈折率が近く、フィルム表面に透明性を保持しながら易滑性を与え、ポリエステルフィルムの取り扱い性を高めるために有効である。このような高分子易接着層（樹脂層）は、好ましくは10～150nmの厚さとすることができる。
- [0064] 次に、本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法を、ポリエステルとして、ポリエチレンテレフタレートを用いた場合についての一例を示すが、本発明は、かかる例に限定されるものではなく、樹脂の種類により、乾燥条件、押出条件および延伸温度などの条件は異なるものである。
- [0065] すなわち、一例を示せば、例えば、常法に従って、テレフタル酸とエチレングリコールからエステル化し、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコールをエステル交換して、ビス-β-ヒドロキシエチルテレフタレート(BHT)を得る。次に、このBHTを重合槽に移行し、攪拌しながら、真空下で280℃の温度に加熱して重合反応を進める。ここで、攪拌のトルクを検出して、所定のトルクになったところで反応を終了する。重合槽から、ポリエチレンテレフタレートをガット状に吐出し、水で冷却してからペレット状に切断する。次に、このようにして重合したポリエチレンテレフタレートのペレットを、180℃の温度で5時間真空乾燥した後、270～300℃の温度に加熱された押出

機に供給し、Tダイからシート状に押出す。この熔融されたシート状物を、ドラム表面温度25℃に冷却されたドラム上に静電気力により密着固化し、実質的に非晶状態の成形ポリエステルフィルムを得る。この成形ポリエステルフィルムを、70～120℃の温度の加熱ロール群で加熱し、長手方向に、2～6倍一段もしくは多段階で延伸し、20～50℃の温度のロール群で冷却する。次に、必要に応じて、この一軸延伸ポリエステルフィルムの片面または両面に、バーコーターを用いて、高分子易接着層を構成するポリエステル系樹脂等の樹脂を主成分とする組成物からなる塗液を塗工した後、続いて、テンタへ導いて、該一軸延伸ポリエステルフィルムの両端をクリップで把持しながら、80～140℃の温度に加熱された熱風雰囲気中で加熱し、幅方向に2.5～6倍に延伸をする。

[0066] ここで、本発明の製造方法においては、該二軸延伸されたポリエステルフィルムに高温での熱処理を行うものであり、ポリエチレンテレフタレートの場合には、好ましくは215℃から255℃の温度で、より好ましくは225℃から245℃の温度で、急速昇温、短時間条件での熱処理を行う。次いで、前述した(a)方法の場合は、熱処理後に、代表的には、テンタレール幅を狭める方法によるTD方向のリラックス処理を行い、さらにその後、レール幅およびクリップ間隔を一定に保つ緊張保持ゾーンで好ましくは1秒以上、より好ましくは2秒以上保持した後、さらに、テンタのクリップで把持しながらクリップの間隔を縮めていく方法によるMD方向のリラックス処理を行うものであるか、あるいは、前述した(b)方法の場合は、熱処理後に、テンタのクリップで把持しながらクリップの間隔を縮めていく方法によるMD方向のリラックス処理を行い、さらにその後、レール幅およびクリップ間隔を一定に保つ緊張保持ゾーンで好ましくは1秒以上、より好ましくは2秒以上保持した後、さらに、テンタレール幅を狭める方法によるTD方向のリラックス処理を行うものである。本発明によれば、これらの一連の処理を施すことによって、製造される二軸延伸ポリエステルフィルムの熱収縮率を低く抑えることができ、かつ、平面性にも優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができるものである。

実施例

[0067] 以下、本発明のポリエステルフィルムの製造方法について、実施例に基づいて具

体的に説明する。

[0068] なお、本発明の説明で用いた各物性値の評価方法は、以下に示したものである。

[物性値の評価法]

(1) 150℃、30分の熱収縮率

フィルムを幅10mm、長さ約250mmにサンプリングし、約200mmの間隔で十字のマーキングを行い、その間隔を(株)ニコン製の万能投影機と三豊商事(株)製のリニアスケール(精度0.001mm)を組み合わせた測長機を用いて正確に測定し、 L_0 (mm)とする。このサンプルを、150℃の乾熱温度に加熱されたオーブン中で30分間処理し、その後、室温(23℃)、相対湿度65%で十分に放冷してから、再び、マーキング間隔を測長機で測定して、 L (mm)とする。

熱収縮率は、 $\text{熱収縮率} = (L_0 - L) \times 100 / L_0$ (%)として算出し、5サンプルの平均値を採用した。

[0069] (2) 平面性

フィルムをA2版に切り、そのフィルムを水平な第の上に拡げて置いた。そのフィルムの上部(フィルム面より20cm上方)に1本の糸を十分に長い直線状態を呈して張った。なお、糸は、フィルムを真上から見たときに、フィルムの一方向の短辺の midpoint から他方向の短辺の midpoint を結ぶ直線となるように張ったものである。そのフィルムに映った糸の反射像を観察しながら、見る角度を変えることで、糸の反射像がフィルム全面を通過していく様子を観察する。そして、該映った糸が呈する湾曲状態の発生度合いの多少で平面性を評価した。評価の基準は、以下の通りとした。

[0070] 全面に湾曲部分が見られないものを「優秀」として評価し、後述する表2では「◎」印で表記した。

また、全面に湾曲部分が2箇所以下であるものを「良好」と評価し、表2では「○」印で表記した。

また、全面に湾曲部分が3箇所以下であるものを「やや不良」と評価し、表2では「△」印で表記した。

また、全面に湾曲部分が4箇所以上であるものを「不良」と評価し、表2では「×」印で表記した。

[0071] (3)ヘイズと全光線透過率

ヘイズおよび全光線透過率の測定は、常態(温度23℃、相対湿度65%)において、フィルム(サンプル)を2時間放置した後、スガ試験機(株)製の全自動直読ヘイズコンピューターHGM-2DPを用いて行った。

3回測定した平均値を、該サンプルのヘイズおよび全光線透過率とした。

[0072] (4)MD方向のリラックス率とTD方向のリラックス率

MD方向のリラックス率は、本文中にも記載したように、長手方向のリラックス処理を開始する直前のフィルム搬送速度を V_i とし、長手方向のリラックス処理を終えた直後のフィルム搬送速度を V_f としたときに、次式(1)で表される値である。

$$\text{MD方向のリラックス率(\%)} = \{(V_i - V_f) / V_i\} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

TD方向のリラックス率は、本文中にも記載したように、幅方向のリラックス処理を開始する直前のフィルム幅を L_i とし、幅方向のリラックス処理を終えた直後のフィルム幅を L_f としたときに、次式(2)で表される値である。

$$\text{TD方向のリラックス率(\%)} = \{(L_i - L_f) / L_i\} \times 100 \quad \cdots \cdots (2)$$

[0073] 実施例1

極限粘度0.65のポリエチレンテレフタレートのパelletを180℃の温度で5時間真空乾燥した後に、270℃～300℃の温度に加熱された押出機に供給し、Tダイからシート状に成形した。さらにこのシート状物を表面温度25℃の温度の冷却ドラム上に静電気力で密着固化して未延伸ポリエステルフィルムを得た。該未延伸ポリエステルフィルムを、70～100℃の温度の加熱ロール群で加熱し縦方向に3.4倍一段階で縦延伸し、20～50℃の温度のロール群で冷却した。この一軸延伸ポリエステルフィルムの両面に、バーコーターを用いて、易滑剤(粒径0.1μmのコロイダルシリカ固形分比0.5重量%)を含む水分散性ポリエステル系樹脂が水分比4.5重量%の塗液を、厚み6μmで塗工した後、40m/分の速度でテンタに導き、該塗工ポリエステルフィルムの両端をクリップで把持しながら、90℃の温度に加熱された熱風雰囲気中で予熱し、100℃の温度の熱風雰囲気中で横方向に3.6倍に横延伸した。

[0074] このようにして得られた二軸延伸されたポリエステルフィルムをそのまま、テンタの中で引き続き、230℃の温度の熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷

区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%のリラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、該緊張保持の時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持した。その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、その後、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0075] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られたポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0076] 実施例2

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、250℃の温度で熱処理を行い、熱処理後250℃から220℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0077] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0078] 実施例3

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、130℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィ

ルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0079] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0080] 実施例4

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m／分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ1.5mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に1.5%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0081] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0082] 実施例5

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度20m／分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして9.0秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み350 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0083] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮

率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0084] 実施例6

実施例1と同様に得られた未延伸ポリエステルフィルムの両面に、バーコーターを用いて実施例1と同様の組成からなる塗液を同様に塗工した後、同時二軸延伸機で縦方向に3.3倍、横方向に3.5倍で延伸した。搬送速度40m/分の該フィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から210℃までの徐冷区間で、クリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、210℃から180℃までの徐冷区間でテンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸フィルムを得た。

[0085] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0086] 実施例7

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ1.0mの緊張保持ゾーン、時間にして1.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0087] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0088] 実施例8

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二

軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.5%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0089] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0090] 実施例9

実施例1と同様にして縦延伸し、この一軸延伸ポリエステルフィルムの両面に、バーコーターを用いて、易滑剤(粒径0.1 μ mのコロイダルシリカ固形分比0.5重量%)を含む水分散性アクリル系樹脂が水分比3.0重量%の塗液を厚み6 μ mで塗工した後、実施例1と同様にして横延伸を施した搬送速度40m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、220℃の温度で熱処理を行い、熱処理後220℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ3mの緊張保持ゾーン、時間にして4.5秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0091] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0092] 実施例10

実施例1と同様にして縦延伸し、この一軸延伸ポリエステルフィルムの両面に、バーコーターを用いて、易滑剤(粒径0.1 μ mのコロイダルシリカ固形分比0.5重量%)

を含む水分散性ウレタン系樹脂が水分比4.5重量%の塗液を厚み6 μ mで塗工した後、実施例1と同様にして横延伸を施した搬送速度90m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ1.5mの緊張保持ゾーン、時間にして1.0秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み50 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0093] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0094] 実施例11

極限粘度0.65のポリエチレンテレフタレートを用い、平均粒径0.1 μ mの炭酸カルシウムを0.5重量%となるように添加混合した原料ペレットを、実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度90m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレール幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後のゾーン長さ1.5mの緊張保持ゾーン、時間にして1.0秒間でレール幅およびクリップ間隔を保持し、その後、120℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に1.2%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み50 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0095] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率が小さく、平面性の優れた二軸延伸ポリエステルフィルムを得ることができた。

[0096] 比較例1

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二

軸延伸されたポリエステルフィルムを、テンタ中で引続き、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後、幅方向、機械方向ともリラックス処理を施さないで、80℃まで徐冷して、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0097] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2のとおりである。実施例1と比較すると、リラックス処理を施していないので、熱収縮率が高い二軸延伸ポリエステルフィルムであった。

[0098] 比較例2

実施例1と同様にして縦延伸、塗工および横延伸を施した搬送速度40m/分の二軸延伸されたポリエステルフィルムを、230℃の温度で熱処理を行い、熱処理後230℃から200℃までの徐冷区間で、テンタのレーン幅を縮めてTD方向に4%リラックス処理を実施し、その後、緊張保持ゾーンを持たずに、150℃の温度下でテンタのクリップ間隔を縮めてMD方向に2.0%リラックス処理を施し、テンタから取出し、ポリエステルフィルムの両端部のエッジ部分をトリミングして巻取り、厚み125 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

[0099] 上述の製造条件については、表1に概略を示したとおりである。

得られた二軸延伸ポリエステルフィルムの物性は、表2に示すとおりであり、熱収縮率は小さいが、平面性に劣る二軸延伸ポリエステルフィルムであった。

[0100] [表1]

表 1

	製膜速度 (m/min)	熱処理温度 (°C)	TD方向のリラックス条件		緊張処理 ゾーン長さ (m)	緊張保持 時間 (秒)	MD方向のリラックス条件		リラックス 処理の 順番
			率 (%)	温度 (°C)			率 (%)	温度 (°C)	
実施例1	40	230	4.0	230 → 200	3	4.5	2.0	150	TD → MD
実施例2	40	250	4.0	250 → 220	3	4.5	2.0	150	TD → MD
実施例3	40	230	4.0	230 → 200	3	4.5	2.0	130	TD → MD
実施例4	40	230	4.0	230 → 200	3	4.5	1.5	150	TD → MD
実施例5	20	230	4.0	230 → 200	3	9.0	2.0	150	TD → MD
実施例6	40	230	4.0	210 → 180	3	4.5	2.0	230 → 210	MD → TD
実施例7	40	230	4.0	230 → 200	1	1.5	2.0	150	TD → MD
実施例8	40	230	4.0	230 → 200	3	4.5	2.5	150	TD → MD
実施例9	40	220	4.0	220 → 200	3	4.5	2.0	150	TD → MD
実施例10	90	230	4.0	230 → 200	1.5	1.0	2.0	150	TD → MD
実施例11	90	230	4.0	230 → 200	1.5	1.0	1.2	120	TD → MD
比較例1	40	230	-	-	-	-	-	-	TD → MD
比較例2	40	230	4.0	230 → 200	0	0.0	2.0	150	TD → MD

表 2

	厚み (μm)	ヘイズ (%)	全光線透過率 (%)	TD方向の熱収縮率 (%)	MD方向の熱収縮率 (%)	平面性
実施例1	125	0.4	91	0.03	0.28	◎
実施例2	125	0.4	91	0.00	0.26	◎
実施例3	125	0.4	91	0.06	0.35	◎
実施例4	125	0.4	91	0.02	0.33	◎
実施例5	350	0.4	91	0.03	0.27	◎
実施例6	125	0.4	91	0.05	0.28	◎
実施例7	125	0.4	91	0.04	0.30	○
実施例8	125	0.4	91	0.03	0.24	○
実施例9	125	0.4	91	0.17	0.30	○
実施例10	50	0.4	91	0.04	0.26	○
実施例11	50	5.5	88	0.03	0.56	○
比較例1	125	0.4	91	0.96	1.15	○
比較例2	125	0.4	91	0.02	0.30	△

産業上の利用可能性

[0102] 本発明は、熱収縮率を低減し、平面性に優れた二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法に関するものであり、本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法は、フラットパネルディスプレイ用部材などの光学用途に代表される各種の工業材料用途の製造に好適に利用できる。

請求の範囲

- [1] フィルムの長手方向と幅方向に延伸され、熱処理を施された二軸延伸ポリエステルフィルムに、幅方向のリラックス処理と、クリップ間隔を狭くする方法による長手方向のリラックス処理を施すに当たり、該幅方向のリラックス処理工程と該長手方向のリラックス処理工程の間に、該二軸延伸ポリエステルフィルムを緊張下に保持することを行うことを特徴とする二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [2] 前記幅方向のリラックス処理後、前記緊張下に保持することを行い、次いで、前記長手方向のリラックス処理を施すことを特徴とする請求項1記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [3] 前記長手方向のリラックス処理後、前記緊張下に保持することを行い、次いで、前記幅方向のリラックス処理を施すことを特徴とする請求項1記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [4] 前記緊張下に保持することを行うに際して、前記二軸延伸ポリエステルフィルムを1秒以上30秒以下の時間、該緊張下に保持することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。
- [5] 前記二軸延伸されたポリエステルフィルムとして、少なくとも片面に、ポリエステル系樹脂、アクリル系樹脂、ウレタン系樹脂およびポリアミド系樹脂からなる群から選択された1種以上の樹脂を主成分とする樹脂層が形成されてなる積層構造を有するものを用いることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の二軸延伸ポリエステルフィルムの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/311328

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B29C55/12(2006.01)i, B32B27/36(2006.01)i, B29K67/00(2006.01)n, B29L7/00(2006.01)n, B29L9/00(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B29C55/00-55/30

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2006
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2006	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2006

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2000-198140 A (Toray Industries, Inc.), 18 July, 2000 (18.07.00), Claim 8; Par. Nos. [0041] to [0043] (Family: none)	1, 3, 4 2, 5
X Y	JP 2001-187421 A (Toray Industries, Inc.), 10 July, 2001 (10.07.01), Claim 6; Par. Nos. [0045] to [0047] (Family: none)	1, 3, 4 2, 5
X Y	JP 2001-334569 A (Toray Industries, Inc.), 04 December, 2001 (04.12.01), Claim 8, Par. Nos. [0052] to [0054] (Family: none)	1, 3, 4 2, 5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
24 July, 2006 (24.07.06)

Date of mailing of the international search report
01 August, 2006 (01.08.06)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/311328

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 62-158016 A (Toray Industries, Inc.), 14 July, 1987 (14.07.87), Claim 1; page 1, right column, line 13 to page 2, upper left column, line 9; Fig. 4 (Family: none)	2
Y	JP 49-115169 A (Unitika Ltd.), 02 November, 1974 (02.11.74), Claim 1; page 3, upper left column, line 7 to upper right column, line 2 (Family: none)	5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C)) Int.Cl. B29C55/12(2006.01)i, B32B27/36(2006.01)i, B29K67/00(2006.01)n, B29L7/00(2006.01)n, B29L9/00(2006.01)n											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C)) Int.Cl. B29C55/00-55/30											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2006年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2006年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2006年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2006年	日本国実用新案登録公報	1996-2006年	日本国登録実用新案公報	1994-2006年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2006年										
日本国実用新案登録公報	1996-2006年										
日本国登録実用新案公報	1994-2006年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号									
X Y	JP 2000-198140 A (東レ株式会社) 2000.07.18, 請求項 8、【0041】 - 【0043】 (ファミリーなし)	1, 3, 4 2, 5									
X Y	JP 2001-187421 A (東レ株式会社) 2001.07.10, 請求項 6、【0045】 - 【0047】 (ファミリーなし)	1, 3, 4 2, 5									
X Y	JP 2001-334569 A (東レ株式会社) 2001.12.04, 請求項 8、【0052】 - 【0054】 (ファミリーなし)	1, 3, 4 2, 5									
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。											
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献											
国際調査を完了した日 24.07.2006		国際調査報告の発送日 01.08.2006									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (I S A / J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 高田 和孝 電話番号 03-3581-1101 内線 3430	4 F 3550								

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 62-158016 A (東レ株式会社) 1987.07.14, 請求項 1、第 1 頁右欄 第 13 行-第 2 頁左上欄第 9 行、第 4 図 (ファミリーなし)	2
Y	JP 49-115169 A (ユニチカ株式会社) 1974.11.02, 請求項 1、第 3 頁 左上欄第 7 行-右上欄第 2 行 (ファミリーなし)	5