

附件乙 公告本

申請日期	88 年 7 月 20 日
案 號	88112334
類 別	B32B27/34, G11B5/24

A4
C4

500662

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書 (修正頁)		
一、發明 名稱	中 文	芳香族聚醯胺薄膜層合體
	英 文	Aromatic polyamide film laminate
二、發明 創作人	姓 名	(1) 飯田真 (2) 小野光正
	國 籍	(1) 日本 (2) 日本
	住、居所	(1) 日本國神奈川縣相模原市小山三丁目三七番一 九號帝人股份有限公司相模原研究中心內 (2) 日本國神奈川縣相模原市小山三丁目三七番一 九號 帝人股份有限公司相模原研究中心內
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 帝人股份有限公司 帝人株式会社
	國 籍	(1) 日本 (1) 日本國大阪府大阪市中央區南本町一丁目六番 七號
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	(1) 安居祥策

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

日本	1998 年 7 月 21 日	10-205174	☒ 有主張優先權
日本	1998 年 7 月 21 日	10-205175	☒ 有主張優先權
日本	1998 年 8 月 11 日	10-226831	☒ 有主張優先權
日本	1998 年 8 月 28 日	10-243011	☒ 有主張優先權

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明所屬之技術領域

本發明為關於適於磁性記錄媒體之基底薄膜之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其製造方法及高密度磁性記錄媒體，更詳言之，為關於強度、易滑性、捲取性等操作性、耐削性、及高溫多濕環境中的性能安定性、行走耐久性優之芳香族聚醯胺薄膜層合體、其製造方法及使用其之高密度磁性記錄媒體。

先前之技術

近年，磁性記錄媒體之高密度化的進步為異常驚人的，例如已進行將強磁性金屬薄膜經由真空澱積和濺鍍等之物理沈澱法或電鍍法，於非磁性支持體上形成金屬薄膜型磁性記錄媒體、或將金屬粉和氧化鐵粉等之針狀磁性粉體，以 $2\mu\text{m}$ 以下塗布之薄層塗布型磁性記錄媒體的開發實用化。前者之例已知例如鈷之澱積磁帶（特開昭54-147010號公報）、由鈷-鉻合金所構成的垂直磁性記錄媒體（特開昭52-134706號公報），而後者之例已知例如由極薄層塗布型磁性記錄媒體所構成的高密度磁性記錄（電子通信學會技術報告MR94-78（1995-02）等）。

先前之塗布型磁性記錄媒體（令磁性粉末混入有機高分子黏合劑中，且於非磁性支持體上塗布而成的磁性記錄媒體）為記錄密度低，且記錄波長亦長，故磁性層之厚度為厚至 $2\mu\text{m}$ 以上，相對地，經由真空澱積，濺鍍或離子

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明（2）

電鍍等之薄膜形成手段所形成之強磁性金屬薄膜為厚度為非常薄至 $0.2 \mu\text{m}$ 以下，又於極薄層塗布型之情況亦已提案設置非磁性頭道層，但為 $0.13 \mu\text{m}$ 厚之物質，其為非常薄。

因此，於上述之高密度磁性記錄媒體中，非磁性支持體（基底薄膜）之表面狀態為大為影響磁性層的表面性，且特別於金屬薄膜型之磁性記錄媒體之情形中，非磁性支持體之表面狀態為就其原樣以磁性層（磁性記錄層）表面之凹凸型式表現，且其乃成為記錄，放送信號雜音之原因。因此，期望令非磁性支持體之表面為儘可能平坦。

另一方面，由非磁性支持體（基底薄膜）之製膜、製膜工程之搬送、刮傷、捲取、捲出之操作觀點而言，若薄膜表面過度平坦，則薄膜彼此間的滑動性惡化，發生粘著現象，且捲成筒狀時之形狀（成卷作用）惡化，並且令製品產率降低，進而造成製品的製造費用上升。因此，於所謂製造費用之觀點則期望非磁性支持體（基底薄膜）表面為儘可能為粗。

令上述二種定律相反之性質，於薄膜表面上同時滿足之手段為必須在基底薄膜表面，形成起因於粒徑最適化粒子之高度、頻率適當之突起。

令芳香族聚醯胺薄膜表面形成突起之方法已提案（a）添加指定量無機粒子之方法（特開昭 61-246919 號）、（b）添加有機高分子粒子或表面經有機高分子處理之無機粒子之方法（特開平 8-

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(3)

203064號公報)等。但是，於單一樣脂層中添加粒子等令其形成突起之如上述之方法中，難令平坦性與操作性兩立，且特別極難迴避將薄膜捲成筒狀時所發生之缺點。為了解決此問題，提案將表裏粒度不同的至少二層樹脂層予以疊層所構成的芳香族聚醯胺或芳香族聚醯亞胺薄膜(特開平1-247162號公報)。但是此時，雖使用外部添加粒子作為令突起形成之手段，但因外部添加之粒子易於添加流漿中凝集，故於實際使用時經由導針與薄膜表面接觸時所造成之磨損，使得粒子由突起脫落，並且具有污染工程等之缺點。又，經由起因於粒子凝集體之表面粗大突起，特別於金屬薄膜型磁性記錄媒體等之高密度磁性記錄用途中，具有無法取得用以賦與良好電磁轉換特性的表面平坦性等缺點。

又，芳香族聚醯胺樹脂於其聚合反應之性質上，必須將發生的氯化氫予以中和，此時生成之中和鹽若於製膜時無法完全除去，則在金屬薄膜型磁性記錄媒體用途中，特別於高溫多濕環境下侵害磁性金屬薄膜，發生無法長期安定保持性能之問題。

發明所欲解決之課題

本發明之第一目的為解決此類先前技術之缺點，提供一方面強度、易滑性、捲取性等操作性優，且令高耐削性與平坦性兩立，且於高溫多濕環境下之性能安定性亦優之適於磁性記錄媒體之基底薄膜的芳香族聚醯胺薄膜層合體

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明（4）

及其製造方法。

又，本發明之第二目的為提供使用此芳香族聚醯胺薄膜層合體，具有良好的電磁轉換特性且適於高密度記錄之金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體及重疊層塗布型高密度磁性記錄媒體。

用以解決課題之手段

若根據本發明者等人之研究，則發現前述本發明之目的為藉由芳香族聚醯胺所形成之雙軸定向薄膜之至少二個薄膜所構成的薄膜層合體，其特徵為（1）於該層合體之最表層薄膜A層中，含有由周期表I a族及II a族所選出之至少一種金屬的氫氧化物或碳酸鹽所構成的無機粒子，且此無機粒子之平均粒徑為80～1,500nm，此薄膜A層之表面的表面粗度（ R_a^A ）為1～20nm、

（2）該層合體之前述A層反面之薄膜B層之表面的表面粒度（ R_a^B ）為0.1～10nm，且

（3）薄膜B層之表面粗度（ R_a^B ）為比薄膜A層之表面粗度（ R_a^A ）更小1nm以上。

之芳香族聚醯胺薄膜層合體所達成。

以下更具體說明本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

圖面之簡單說明

圖1

測定薄膜層合體之耐削性裝置的概略圖。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (5)

符號之說明

1 : 捲出軸

2 : 張力控制器

3、5、6、8、9 及 11 : 自由滾筒

4 : 張力檢測機 (入口)

7 : 不銹鋼 S U S 304 製之固定針

(外徑 5 m m、表面粗度 R a = 20 n m)

10 : 張力檢測機 (出口)

12 : 導筒

13 : 捲取軸

本發明之芳香族聚醯胺若為其主鏈為以芳香核及醯胺鍵結基作為主要構成成分者即可。其中，於形成其之鏈之芳香核中，芳香核上之形成主鏈取代基為對向定向性者佔 50 ~ 99.5 %，則在要求強度之磁性記錄媒體用途之情形中為佳。對向定向性芳香核之比例的更佳範圍為

60 ~ 95 %，特佳為 70 ~ 90 %。未滿 50 % 則強度不足，若超過 99.5 % 則難以延伸。此處，形成主鏈取代基為於高分子主鏈中含有醯胺基等之原子或原子團，可列舉例如 - C (= O) - N H -、- O -、- C H₂ -、- C (C H₃)₂ -、- S O₂ -、- S -、於該芳香核上直接結合之其他的芳香核等。又，所謂對向定向性，例如於芳香核為伸苯基時則表示 1，4 - 取代之狀態，於伸萘

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

基時則表示 1，4-取代、2，6-取代等之狀態。上述中亦特別以芳香族聚醯胺為一般式

$$\begin{aligned} & - (- C (= O) - A r_1 - C (= O) - N H - A r_2 - \\ & N H -)_k - (- C (= O) - A r_3 - C (= O) - N H \\ & - A r_4 - Y_1 - A r_5 - N H -)_l - (- C (= O) - \\ & A r_6 - N H -)_m - (- C (= O) - A r_7 - Y_2 - \\ & A r_8 - N H -)_n - , \end{aligned}$$

此處 k、l、m、n 為 0 及正整數，Ar₁、Ar₂、Ar₃、Ar₄、Ar₅、Ar₆、Ar₇、Ar₈、分別為由一般式 - C₆H_pR_{4-p}-、C₆H_pR_{4-p}-C₆H_pR_{4-p}-、或 C₁₀H_qR_{6-q}- 所示之芳香核（此處 p 為 0 ~ 4 之整數、q 為 0 ~ 6 之整數、R 為鹵素基、硝基、氰基、碳數 1 ~ 4 個之烷基、碳數 1 ~ 3 個之烷氧基、三烷基甲矽烷基所選出之原子或原子團）所選出，可為相同或不同。Y₁、Y₂ 為由 O、CH₂、C(CH₃)₂、SO₂、S、CO 所選出之一種原子或原子團，且可相同或相異）所示之高分子化合物為佳。其中，以使用對苯二酸作為酸成分，以對苯二胺及 3，4'-二胺基二苯醚作為二胺成分之高分子化合物為更佳。

又，於本發明之芳香族聚醯胺中，在不損害薄膜物性之程度下，亦可共聚以脂族或脂環族之聚醯胺形成性化合物。再者，亦可共聚具有三個以上醯胺形成性官能基之化合物。又，亦可摻雜滑劑、抗氧化劑、其他添加劑等及其他的聚合物。

本發明之薄膜層合體為由前述芳香族聚醯胺所形成之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(7)

雙軸定向薄膜之至少二個薄膜所構成，且一個薄膜 A 層為存在於最表層，其他之薄膜 B 層為存在於此薄膜 A 層之反面的最表層。因此本發明之薄膜層合體，於由二個薄膜所構成之情形中，為由薄膜 A 層及薄膜 B 層所構成，又例如於由三個薄膜所構成之情形中，為由薄膜 A 層－中間層薄膜－薄膜 B 層所構成。

即，本發明之層合體為具有薄膜 A 層為形成一者之表層，且其裏側之表層為由薄膜 B 層所形成之構造。於本發明中，層合體之薄膜 A 層之最表層（表面層）及薄膜 B 層之最表層（表面層）分別於表面粗度及其他之表面特性上具有特徵。

首先，說明關於本發明之層合體中的薄膜 A 層。薄膜 A 層為此薄膜 B 層於表面粗度更大，且有助於薄膜層合體的易滑性。於薄膜 A 層中含有周期表 I a 族及 II a 族所選出之至少一種金屬的氫氧化物或碳酸鹽所構成的無機粒子（以下將此粒子稱為「無機粒子 A」）。

此薄膜 A 層中之無機粒子 A 之例可列舉氫氧化鋰、碳酸鋰、氫氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂、碳酸鎂等。其中以氫氧化鋰、氫氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂為佳，且特別以氫氧化鈣、碳酸鈣為佳。

此無機粒子 A 為於聚醯胺中，以芳香族聚醯胺聚合工程中之中和劑殘渣型式被含有，並且無需擔心因為於聚合工程階段中為了充分分散於聚合物中，而於製膜工程等經由導筒與薄膜表面接觸時磨損、造成發生剝落原因之粒子

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(8)

的凝集。

薄膜 A 層中存在之無機粒子 A 的平均粒徑 (d_A) 爲 80 ~ 1,500 nm, 較佳爲 90 ~ 1,200 nm, 特佳爲 10 ~ 1,000 nm。

薄膜 A 層中存在之無機粒子 A 的平均粒徑 (d_A) 爲未滿 80 nm 時, 則粒子形成表面突起之效果小, 且因無法取得充分的易滑性、捲取性等操作性, 故爲不佳。又, 平均粒徑 (d_A) 若超過 1,500 nm, 則經由薄膜延伸所形成之空隙過大且耐削性降低, 故爲不佳。

尚, 該無機粒子 A 爲比作爲中和劑之添加粒子的平均粒徑更小。作爲中和劑添加時之平均粒徑爲 300 ~ 20,000 nm、較佳爲 400 ~ 15,000 nm。此平均粒徑未滿 300 nm 時, 則粒子形成表面突起之效果小, 且因無法取得充分的易滑性、捲取性等之操作性故爲不佳。

又, 不均粒徑若超過 20,000 nm, 則中和反應後之殘渣粒徑變大, 且經由薄膜延伸所形成之空隙過大、耐削性降低, 故爲不佳。

尚, 空隙爲以後述的空隙比表示, 且此比較佳爲 2.0 以下。再佳爲 1.5 以下。

於本發明中, 上述無機粒子 A 於薄膜內若爲前述範圍內之平均粒徑, 則亦可含有平均粒徑不同的二種以上之粒子。

於本發明中, 令薄膜 A 層內之無機粒子的平均粒徑爲

五、發明說明(9)

滿足前述範圍之手段並無特別限定，較佳可列舉例如於中和劑添加工程中，將反應系之 pH、中和劑之添加量與粒徑調整至提供上述平均粒徑之適當者。

關於調整添加作為中和劑之無機粒子粒徑之手段亦無特別限定，較佳可列舉例如令該粒子於溶劑中分散後，使用沙磨等裝置予以細粉化，並將此分散液過濾除去粗大粒子之方法。

本發明層合體中，薄膜 A 層之表面粗度 (Ra^A) 為 $1 \sim 20 \text{ nm}$ 、較佳為 $2 \sim 10 \text{ nm}$ 、更佳為 $3 \sim 8 \text{ nm}$ 。薄膜 A 層之表面粗度 (Ra^A) 未滿 1 nm 時，則令層合體之製造工程和其後之加工工程的捲取變難，另一方面若超過 20 nm ，則對於薄膜 B 層之表面亦造成影響，且恐令 B 層之表面變粗，故為不佳。

本發明層合體中之薄膜 A 層表面之反面的薄膜 B 層之表面粗度 (Ra^B) 為 $0.1 \sim 10 \text{ nm}$ 、較佳為 $0.1 \sim 5 \text{ nm}$ 、特佳為 $0.2 \sim 4 \text{ nm}$ 。最佳之薄膜 B 層的表面粗度 (Ra^B) 為 $0.3 \sim 3 \text{ nm}$ 。

又，B 層表面之表面粗度 Ra^B 值未滿 0.1 nm ，則變成易貼附於製造工程中的傳遞滾筒上，另一方面若超過 10 nm ，則電磁轉換特性惡化。又，B 層表面之表面粗度 Ra^B 為比 A 層表面之表面粗度 Ra^A 更小 1 nm ，則可令層合體之操作性容易，且使用於高密度磁性記錄媒體時，則可提供良好的電磁轉換特性。薄膜 B 層之表面粗度 (Ra^B) 為比薄膜 A 層之表面粗度 (Ra^A) 更小 $2 \sim 5$

五、發明說明 (10)

μm 則更加有利。

於薄膜 B 層中，亦可實質上不含有粒子，且只要 B 層表面之表面粗度 ($R a^B$) 為維持在前述範圍，則亦可含有粒子。令薄膜 B 層中含有粒子時，其平均粒徑 (d_B) 為 $5 \sim 600 \mu m$ 、較佳為 $60 \sim 600 \mu m$ 、特佳為 $5 \sim 200 \mu m$ 。

薄膜 B 層中所含有之固體粒子 (稱為粒子 B) 之例可列舉交聯矽酮樹脂、交聯聚苯乙烯、交聯苯乙烯-二乙烯基苯共聚物、聚甲基丙烯酸甲酯、交聯甲基丙烯酸甲酯共聚物、聚四氟乙烯、聚偏氟乙烯、聚丙烯腈、苯並胍胺樹脂等之耐熱性有機高分子所構成的微粒子、氫氧化鋰、碳酸鋰、氫氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂、碳酸鎂等之周期表 I a 族及 II a 族所選出之至少一種金屬的氫氧化物鹽或碳酸鹽所構成的微粒子，矽石、氧化鋁、二氧化鈦、高嶺土、滑石、石墨、長石、二硫化鉬、炭黑、硫酸鋇等之無機化合物所構成的微粒子。

上述粒子 B 中，較佳為氫氧化鋰、碳酸鋰、氫氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂、碳酸鎂等之周期表 I a 族 II a 族所選出之至少一種金屬的氫氧化物或碳酸鹽所構成的微粒子，更佳為其中的氫氧化鋰、氫氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鎂，特別以氫氧化鈣、碳酸鈣為佳。

前述 I a 族及 II a 族金屬之氫氧化物或碳酸鹽之粒子 B 為將平均粒徑 $50 \sim 5,000 nm$ 之粒子，添加至芳香族聚醯胺聚合工程中，並且以中和劑之殘渣型式被含有

五、發明說明 (11)

，因為分共與性優且與搬送滾筒接觸時之突起脫落少故為更佳。

薄膜 B 層中存在之固體粒子 B 的粒徑為 600 nm 以上則電磁轉換特性惡化，另一方面，粒徑未滿 5 nm 則作為磁帶實際使用時與磁頭之摩擦係數高，且重覆使用時則令電磁轉換特性降低。

本發明之層合體為藉由令其二個表面之薄膜 A 層及薄膜 B 層之各表面中的表面粗度，作成在前述之範圍，則可有利利用作為高密度記錄媒體之基底薄膜。

更期望令本發明之層合體，其薄膜 A 層及薄膜 B 層中的表面突起頻率作成下述的適當範圍。

即，薄膜 A 層中的表面突起頻率為含有 $1 \times 10 \sim 1 \times 10^5$ 個 / mm^2 、較佳為 $5 \times 10 \sim 1 \times 10^5$ 個 / mm^2 、特佳為 $1 \times 10^2 \sim 5 \times 10^4$ 個 / mm^2 之無機粒子 A。突起頻率未滿 1×10^1 個 / mm^2 ，則摩擦係數變大且無法取得良好的走行性，捲取性亦惡化，再者因薄膜彼此間易引起黏著故為不佳。另一方面，若突起頻率為超過 1×10^5 個 / mm^2 ，則作為磁帶時將磁性層面轉印形成凹凸，令電磁轉換特性惡化。

另一方面，薄膜 B 層中的表面突起頻率期望為 $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^8$ 個 / mm^2 、較佳為 $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^8$ 個 / mm^2 、特佳為 $5 \times 10^3 \sim 5 \times 10^7$ 個 / mm^2 之範圍。

其次說明關於形成本發明薄膜 A 層及 B 層之芳香族聚

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明（12）

醯胺的聚合方法、及此些薄膜之製膜方法。

製造本發明芳香族聚醯胺之方法為使用本身公知的酸成分、及胺成分作為原料單體，並且可使用界面聚合法或溶液聚合法等，且以溶液聚合法為佳。

溶液聚合法之情況，可使用由二甲基甲醯胺、二甲基乙醯胺、N-甲基吡咯烷酮、N-甲基乙內酯、二甲基亞碲、六甲基磷酸三醯胺、四甲基脲及1,3-二甲基-2-咪唑二酮之極性溶劑中選出一種作為主成分的聚合溶劑。此些極性溶劑中，以N-甲基吡咯烷酮為較佳使用。

又，於聚合溶劑中，在改善聚合物溶解性之目的下，可在聚合前、途中或終了時，添加氯化鈣、氯化鋰等之無機鹽亦可。

雖在製造本發明之芳香族聚醯胺中，令酸成分（代表性為醯基鹵）與胺成分實際上以等莫耳反應，但在控制聚合度等之目的下亦可過量使用任何一種成分。再者亦可使用少量之官能性酸成分或胺成分作為終端封阻劑。

又，為了捕捉反應所生成之氯化氫，亦可於聚合系中添加脂族或芳香族之胺或四級銨鹽。

再者，於本發明之芳香族聚醯胺中，在不阻礙本發明效果之範圍下，亦可添加紫外線吸收劑、染料、離型劑、其他之添加劑。

聚合反應終了後，於薄膜A層用為添加平均粒徑為300～20,000nm、薄膜B層用為添加50～5,000nm前述之Ia族或IIa族金屬之氫氧化物或

五、發明說明 (13)

碳酸鹽所構成之無機粒子，並且進行中和反應。若無法充分進行此中和反應，則來自薄膜表面之離子狀態之鹵素元素（特別為氯）為殘存以造成不欲影響程度之份量，於金屬薄膜型磁性記媒體用途中，特別於高溫多濕環境下侵害磁性金屬薄膜，且因為無法安定保持性能故為不佳。

為了令本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體為具有優良的機械性質，較佳使得薄膜之製膜前的聚合物對數粘度為 0.5 dl/g 以上，且以 1.0 dl/g 以上為更佳。

尚，製膜前之聚合物的對數粘度為由聚合後之含有芳香族聚醯胺之聚合物原液，投入醇類、水等溶劑中，並再沈澱、分離之粗製聚合物於濃硫酸中、 30°C 下測定之值而求出。

如上述聚合後，將含有芳香族聚醯胺之聚合物原液（dope）投入醇類、水等之溶劑中，並再沈澱、分離後，再溶解於溶劑中則可使用於薄膜之成形，較佳為將聚合物原液就其原樣，或於聚合後調整至適當濃度並且使用於製膜。

此時之濃度調整為以濃縮，或以溶劑稀釋而進行。此類溶劑可使用同前述例示之物質作為聚合溶劑。

如上述調整之聚合物原液可經由溶液製膜法予以薄膜化。溶液製膜法可列舉乾濕式法、乾式法或濕式法等，且以乾濕式法或濕式法可除去上述中和反應所生成之鹽為。

以乾式法製膜時，可在鼓式或環狀帶等之支持體上乾燥，並將具有自我保持性之薄膜由此些支持體上剝離，並

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

結

五、發明說明 (14)

且再進行用以除去殘存溶劑之乾燥、延伸、熱處理。此些處理為分別較佳以 $100 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 之範圍中進行 1 秒 $\sim$ 30 分鐘之範圍。特佳為 $100 \sim 400^{\circ}\text{C}$ 之範圍中進行 3 秒 $\sim$ 20 分鐘之範圍。

雖然即使以乾式法亦可取得表面性佳之薄膜，但於其製膜過程中因為不含有除去聚合工程所生成之中和鹽之工程，故於薄膜表面殘存不欲份量之鹵素離子，於金屬薄膜型磁性記錄媒體用途中，特別於高溫多濕環境下侵害磁性金屬薄膜，且因無法安定保持性能故為不佳。

另一方面以濕式法製膜之情形中，則較佳使用將該原液由管嘴直接壓出至製膜用浴中，或者暫時於鼓式等支持體上壓出，並將各支持體導入濕式浴中之方法。此浴一般為由水系媒體所組成，於此浴中除了水以外，亦可含有有機溶劑和無機鹽等，但為了提高萃取效率，令鹽類和有機溶劑之萃取除去完全，較佳將濕式浴分成二階段以上，且最終浴為僅以水浴為佳。通過濕式浴則可進行將薄膜中所含有之鹽類和有機溶劑等萃取除去。

通過此些濕式浴全體之時間雖亦根據薄膜厚度而亦，但由薄膜表面將離子狀態之鹵素元素及有機極性溶劑萃取，令薄膜表面之離子狀態的鹵素元素為 $50 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下、薄膜中之有機極性溶劑含量為 50 ppm 以下者為佳，因此其時間較佳為 10 秒 $\sim$ 30 分鐘。

濕式浴出來之薄膜為在長軸方向延伸，其次進行乾燥、橫延拉、熱處理。此些處理分別較佳以 $100 \sim 500$

五、發明說明 (15)

℃ 之範圍下進行 1 秒 ~ 3 0 分鐘之範圍。特佳為以 1 0 0 ~ 4 0 0 ℃ 之範圍進行 3 秒 ~ 2 0 分鐘之範圍。

以乾濕式法製膜之情況為將該原液由管嘴壓出至鼓式或環狀帶等支持體上、作成薄膜，其次將此些薄膜層中飛散出溶劑之薄膜乾燥至具有自我保持性為止。乾燥條件為在室溫 ~ 3 0 0 ℃、6 0 分鐘以內為佳。乾式工程終了之薄膜為由支持體剝離、導入濕式工程，並與上述之濕式法同樣地進行脫鹽、脫溶劑等，並再進行延拉、乾燥、熱處理作成薄膜。

形成本發明之薄膜層合體上，可將相當於薄膜 A 層側之製膜原料液、與相當於薄膜 B 層側之製膜厚料液至少二個種類，以本身公知之方法，例如特開昭

5 6 - 1 6 2 6 1 7 號公報記載般，以合流管予以疊層，並於管嘴內疊層則可形成。視需要可在兩者中間將另一層以三層（以上）管嘴予以疊層形成。

供給原料液時，將薄膜 A 層面側成為支持體面側者，在維持反面（薄膜 B 層）表面性平坦方面較佳。又，亦可將任一者之製膜原料液暫時形成具有自我保持性之薄膜、於其上供給另一者之製膜厚料液進行脫溶劑、作成薄膜層合體。特別以合流管和管嘴內層合時，較佳將原料液之粘度調節成 1 0 0 ~ 1 0 , 0 0 0 泊。未滿 1 0 0 泊則原料液由管嘴出來前，易令二種以上之液體混合，於薄物薄膜之情形則即使僅少量混合，亦會令含無機粒子層之反面變粗。相反地，若超過 1 0 , 0 0 0 泊，則雖難發生二種以

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明（16）

上液體之混合，但發生金屬斷痕，且薄膜表面易變粗故為不佳。

又，雖然二種以上之原料液的粘度相同為佳，但亦可具有多少的粘度差，且若以低粘度側作為基準，則高粘度側之粘度為200%以內則無問題。

再者，採用乾式法、乾濕式法時，則在乾燥工程中混合二種以上之原料液。若將供給至支持體上之原料液加熱，則粘度暫時降低，且其後伴隨著溶劑之蒸發則令粘度再度上升，但因粘度為10泊以下則令二種以上之原料液易於混合，故必須將乾燥條件充分調節至不會低於10泊以下。例如，較佳使用將乾燥溫度分成二階段以上之方法。

薄膜A層以外之層，較佳為由同於薄膜A層之聚合物組成之芳香族聚醯胺所構成。

又，所得之芳香族聚醯胺薄膜較佳為作成面積倍率為5.0倍以上，更佳為6.0~10.0倍延拉之雙軸定向薄膜。

本發明之雙軸定向薄膜可將各層疊層後延拉，或可將各層分別延拉後予以疊層，但以疊層後延拉者於製造上較為有利。

又，延拉之面積倍率未滿5倍時，則不僅無法取得高強度的薄膜層合體，且因後述粒子所造成之形成表面突起之效果小，故易滑性、捲取性等操作性差，因而不佳。

經由上工程所取得之薄膜層合體厚度雖無特別限定，但較佳為0.1~20 μ m、更佳為0.5~10 μ m。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明（17）

又，各層之厚度比率雖無特別限定，但較佳為薄膜 A 層：薄膜 B 層為 1：9～5：5、較佳為 2：8～4：6。

薄膜層合體之厚度為在上述之範圍時，則本發明之薄膜層合體為強度、易滑性、捲取性等操作性優，且顯示高耐削性，並且可適合使用於磁性記錄媒體。

又，本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體為在易接、易滑、防靜電等之目的下，可在其表面設置不阻礙本發明效果範圍之被膜層。

本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體可如上述製造，但亦可再於塗布磁性層等之前，塗布水分散性或水溶性聚合物之水性塗液，且視需要延伸。乾燥令其與磁性層之黏合性提高。又，於水性塗液中除了上述聚合物以外，亦可視目的添加抗靜電劑、界面活性劑、微細粒子等。

如前述處理所得之本發明之芳香族聚醯胺層合體為具有以下說明的物理特性、化學特性及表面特性，具有極適作為高密度磁性記錄媒體用之基底薄膜之特性。

本發明之芳香族聚醯胺層合體為具有高的楊氏模量，於長度方向與度方向之楊氏模量之和為 2,000～4,500 kg/mm²、較佳為 2,200～4,000 kg/mm²、。又，長度方向及寬度方向之各楊氏模量為 500～3,500 kg/mm²、較佳為 600～3,000 kg/mm² 為佳。

楊氏模量之長度方向與寬度方向之和為未滿 2,000 kg/mm² 之情形中，則因與記錄磁頭之接觸狀

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明（18）

態不當，故令電磁轉換特性惡化，又以數 μm 級數之薄基底薄膜並不具有充分的強度，故為不佳。

芳香族聚醯胺薄膜層合體為長度方向之剛度為 $3.0 \sim 9.5 \text{ mg} \cdot \text{mm}$ 、較佳為 $5.0 \sim 9.5 \text{ mg} \cdot \text{mm}$ 。此長度方向之剛度為未滿 $3.0 \text{ mg} \cdot \text{mm}$ 或超過 $9.5 \text{ mg} \cdot \text{mm}$ 時均因與記錄磁頭之接觸狀態不當，故令電磁轉換特性惡化。

更且，本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體為長度方向之拉伸斷裂強度為 $38 \sim 100 \text{ kg} / \text{mm}^2$ 、較佳為 $42 \sim 90 \text{ kg} / \text{mm}^2$ 以上。拉伸斷裂強度未滿 $38 \text{ kg} / \text{mm}^2$ 之情形中，則特別恐於重覆行走／停止之磁帶用途中造成障礙。

又，本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體於任意方向之 150°C 中的熱收縮率為未滿 1% 。熱收縮率超過 1% 之情形中，則有依據記錄媒體之使用環境而損害性能的信賴性。

又，本發明之芳香族聚醯胺層合體其薄膜之空氣脫出指數為 $1 \text{ mmHg} / \text{hr}$ 以上。空氣脫出指數若未滿 $1 \text{ mmHg} / \text{hr}$ ，則於製造工程中將薄膜以滾筒狀捲取時，於薄膜滾筒上易發生突起狀之表面缺陷，令捲取產率降低。更佳之空氣脫出指數值為 $3 \text{ mmHg} / \text{hr}$ 以上，更佳為 $4 \text{ mmHg} / \text{hr}$ 以上。

本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體為摩擦係數為 0.6 以下、較佳為 0.4 以下。

五、發明說明 (19)

於本發明之芳香族聚醯胺層合體中，薄膜 B 層中所含有之離子性鹵素（特別為離子性氯）及有機極性溶劑之量為極少，且可長期安定保持此薄膜 B 層表面所形成的磁性記錄媒體層之性能。即，薄膜 B 層中所含之離子性鹵素為 $50 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下、較佳為 $40 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下。離子性鹵素之含量若超過 $50 \text{ ng} / \text{cm}^2$ ，則恐對磁性記錄媒體層之性能安定性造成障礙。又，薄膜 B 層中之有機極性溶劑含量為 50 ppm 以下、較佳為 40 ppm 以下。有機極性溶劑之含量若變多，則對於磁性記錄媒體層之性能的長期安定性造成影響。

若依據本發明，則可提供在前述芳香族聚醯胺薄膜層合體之薄膜 B 層表面，形成磁性記錄媒體層之磁性記錄媒體。此磁性記錄媒體為具有金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體及塗布型高密度記錄媒體二種類型。其任何一者均可。

金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體之情況為在芳香族聚醯胺薄膜層合體之薄膜 B 層表面，經由真空澱積、濺鍍、離子電鍍等方法，形成以鐵、鈷、鉻或此些成分作為主成分之合金或氧化物所構成的強磁性金屬薄膜層，並於其表面視目的、用途等需要，依序設置類金剛石炭（DL C）等之保護層、合氟羧酸系潤滑劑層，並再於金屬薄膜層與其反面設置公知的背塗層，則可作成特別為短波長區域之輸出功率、 S / N 、 C / N 等電磁轉換特性優、脫落、錯誤率少之金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體。

此金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體為極有用於作為模

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(20)

擬信號記錄用 H : 8 、數位信號記錄用數位盒式磁帶攝錄機 (D V C) 、 D a t a 8 m m 、 D D S I V 用磁性媒體。

塗布型高密度磁性記錄媒體之情況為將磁性塗料，於本發明芳香族聚醯胺薄膜層合體之薄膜 B 層之表面上塗布、重疊。

此類磁性塗料可列舉金屬系磁性塗料、氧化金屬系磁性塗料。

所謂金屬系磁性塗料，為指黏合劑中含有磁性金屬或磁性金屬作為主成分之磁性體者，可列舉例如令鐵或鐵作為主成分之針狀微細磁性粉，於氯乙烯或氯乙烯醋酸乙烯酯共聚物等中均勻分散者。

又，所謂氧化金屬系磁性塗料，為指黏合劑中含有磁性氧化金屬或磁性氧化金屬作為主成分之磁性體者，可列舉例如令氧化鐵或氧化鉻等之針狀微細磁性粉或鐵酸鋇等板狀微細磁性粉，於氯乙烯或氯乙烯醋酸乙烯酯共聚物等黏合劑中均勻分散者。

此類磁性塗料，為在本發明之芳香族聚醯胺薄膜層合體之表面上，以磁性層厚度合計為疊層塗布以 $1\ \mu\text{m}$ 以下、較佳為 $0.1 \sim 1\ \mu\text{m}$ 。

又，於磁性層之反面，以公知方法設置背塗層，則可作成特別於短波長區域中的輸出功率、 S/N 、 C/N 等電磁轉換特性優、脫落、錯誤率少之高密度記錄用塗布型磁性記錄媒體。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(21)

再者，視需要可在塗布磁性層之面上，將含有微細氧化鈦粒子等之非磁性層，於同於磁性層之有機黏合劑中分散、塗設作為該磁性層之頭道層。

此塗布型高密度磁性記錄媒體為極有用於模擬信號記錄用 8 mm 攝錄機、H : 8、 β cham SP、W - V H S、數位信號記錄用數位盒式磁帶攝錄機 (D V C)、Data 8 mm、D D S I V、數位 β cham、D₂、D₃、S X、數位信號記錄用數據帶用 Q I C 磁帶媒體等。

實施例

以下，依據實施例更具體說明本發明，但本發明不限定於以下之實施例。尚，本發明中的各種物性值及特性為如下述測定或定義。

(1) 聚合物溶液之 pH

採集聚合物溶液 5 克，加入 300 毫升水，並於攪拌 2 分鐘後，測定該水溶液之 pH。

(2) 粒子之平均粒徑

(a) 聚合物溶液中添加前的平均粒徑

使用島津製作所製 C P - 50 型 Centrifugal Particle Size Analyzer 測定。以所得之離心沈澱曲線為基準算出之各粒徑粒子與其存在量之積算曲線，讀取相當於 50 重量 % 之粒徑，並以其值作為平均粒徑 (參照「粒度測定技術

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明（22）

「日刊工業新聞發行、1975年、242—247頁）

。

（b）薄膜中的平均粒徑

對於添加中和劑粒子後之製膜原料液進行與（a）同樣之測定。

又，爲了確認，將同樣之樣品之該薄膜小片，包埋於環氧樹脂（Refine Tec（株）製、EPOMONT）中，使用Reichert-Jung公司製Microtome 2050與包埋樹脂共同切成60nm厚，並以穿透型電子顯微鏡（日立製作所製、H-800型）觀察，且選出25個評價對象層中存在之粒子斷面，求出各粒徑並且平均。其結果，取得與前者相同值。

（3）對數粘度

將含有聚合後之芳香族聚醯胺之聚合物原料液，投入醇類、水等之溶劑中，並將再沈澱、分離之聚合物於濃硫酸中、30℃下測定之值所求出。

（4）面積倍率

將薄膜之縱延拉倍率與橫延拉倍率相乘求出。

（5）薄膜之表面粗度（中心線平均粗度：Ra）

中心線平均粒度Ra爲以JIS B 601測定。
本發明爲使用（株）小坂研所之觸針式表面粗度計（

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

線

五、發明說明 (23)

SURFCORDER SE, 30C) 以下列條件測定求出。

(a) 觸針尖端半徑 : $2 \mu m$

(b) 測定壓力 : 30 mg

(c) 切斷 : 0.08 mm

(d) 測定長 : 8.0 mm

(e) 數據之整理方面 : 對於同一試料重覆測定 6 回 , 除去一個最大值 , 用剩餘 5 個數據作成平均值 , 求出中心線平均粗度 (R a) 。

(6) 突起頻率

使用掃描型電子顯微鏡 (日本電子製、t - 300 型) , 以倍率 5000 倍、角度 0° 隨機攝取 25 張該薄膜表面之照片 , 並且計數表面突起頻率 , 由其平均值換算每 $1 mm^2$ 之突起數。

(7) 空隙比

使用等離子體反應器 (Yamato 科學製、PR31) , 由該薄膜表面開始蝕刻 500 mm 之深度。其後使用掃描型電子顯微鏡 (日本電子製、T - 300 型) , 以倍率 5,000 倍、角度 0° 隨機攝取 25 張該蝕刻樣品表面之照片 , 並測定表面所出現之粒子長徑與其周圍空隙之長徑 , 且以下式求出。

$$\text{空隙比} = (\text{空隙長徑}) / (\text{粒子長徑})$$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

結

五、發明說明 (24)

(8) 摩擦係數

以 A S T M D 1 8 9 4 - 6 3 為基準，使用滑動性測定器（東洋 Testar 製），並使用玻璃板作為線板，以荷重 1 公斤測定靜摩擦係數（ μ_s ）。所得之值以下列基準予以評價。

μ_s	判定基準
未滿 0 . 6	◎
0 . 6 ~ 0 . 8	○
超過 0 . 8	×

(9) 行走摩擦係數

使用圖 1 所示裝置，如下測定。

於溫度 2 0 ℃、濕度 6 0 % R H 之環境下，將裁斷成寬 8 m m 之薄膜 A 以 7 號固定針，以角度 9 0 °（ $= \pi / 2$ 弧度）接觸並以 3 m / 分之速度移動。以張力控制器 2 將入口張力 T_1 調整至 5 0 克時之出口張力 $R T_2$ ，於薄膜行走 2 0 0 公尺後以出口張力檢測器 1 0 予以檢測，並以下式算出行走摩擦係數，且根據下述之基準判定。

$$\text{行走摩擦係數} = (2 / \pi) \ln (T_2 / T_1)$$

行走摩擦係數	判定基準
未滿 0 . 4	◎

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (25)

- | | |
|------------------|---|
| 0 . 4 以上未滿 0 . 6 | ○ |
| 0 . 6 以上 | × |

(1 0) 耐削性 (針)

使用圖 1 所示裝置進行測定。

於溫度 2 0 ℃、相對濕度 6 0 % 之環境下，將裁斷成寬 1 / 2 吋之薄膜以 7 號固定針，以 $\theta = (9 0 / 1 8 0) \pi$ 弧度 (9 0 °) 接觸，並以 2 m / 分之速度行走 5 公尺 (入口張力固定為 4 0 克)，依據下列基準進行判定。

- ◎：針上未附著削落粉
- ：針上稍微附著削落粉
- ×：針上附著大量削落粉

(1 1) 耐削性 (研光機)

使用三段之迷你超研光機 (尼龍滾筒 × 鋼滾筒) 進行評價。以處理溫度 9 0 ℃、線壓 3 0 0 kg / c m²，令該薄膜以速度 1 0 0 m / 分行走 7 , 0 0 0 公尺。將研光機之尼龍滾筒附著之污物依據下列基準進行判定。

- | | |
|-----------|---|
| 尼龍滾筒完全無污物 | ◎ |
| 尼龍滾筒稍微骯髒 | ○ |
| 尼龍滾筒非常骯髒 | × |

(1 2) 捲取性

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (26)

令開縫時之捲取條件最適化後，以寬 5 6 0 m m、長度 9，0 0 0 m 之大小，進行 1 0 個滾筒之開縫，且放置 1 週。其後，觀察薄膜皺褶之發生狀況，求出可製品化之滾筒支數，並以下列基準進行捲取性之評價。

可製品化之滾筒支數	判定基準
9 支以上	◎
7 ~ 8	○
4 ~ 6	×
3 支以下	× ×

(1 3) 空氣脫出指數

將 8 公分正方之薄膜重疊 2 0 枚，將其下 1 9 枚挖空成一邊 2 m m 之三角形孔穴。使用 (株) 東洋精機製 Digital Back 平滑度試驗機，將壓力設定於 5 6 0 m m H g 後，開始計測並且讀取 1 小時後之壓力變化值。重覆 5 回測定，將其平均值視為空氣脫出指數 (單位 m m H g / h r) 。

(1 4) 機械特性

(a) 楊氏模量

使用拉伸試驗機 (東洋 Boldwin 製、Tensiron)，於調節至溫度 2 0 ℃、相對濕度 5 0 % 之室內，將採樣成寬 1 0 m m、長度 1 5 0 m m 之該薄膜，以卡盤間隔 1 0 0

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (27)

m m、拉伸速度 1 0 m m / 分予以拉伸，並由所得之應力－歪斜曲線之開始部的接線計算。

(b) 彎曲剛度

以上述楊氏模量測定之相同裝置、測定條件，將該薄膜以卡盤間隔 1 0 0 m m、拉伸速度 5 m m / 分予以拉伸，並由所得之應力－歪斜曲線之開始部的接線傾斜度，以下述式計算。

$$\text{彎曲剛度 (mg} \cdot \text{mm)} = [(10^6 (\text{mg/kg})) \times (\text{接線傾斜 (kg/mm}^2)) \times (\text{薄膜厚度 (mm)})] / 12$$

(c) 拉伸斷裂強度

以上述楊氏模量測定之相同裝置、測定條件，將該薄膜以卡盤間隔 1 0 0 m m、拉伸速度 1 0 0 m m / 分予以拉伸，並將薄膜斷裂時之應力視為斷裂強度。試料之截面積為拉伸前之初期值。

(1 5) 熱收縮率

將該薄膜採樣出 3 5 0 m m × 3 5 0 m m，並以中央部定為標點兩點間之距離 (L₀ (m m)) 為 3 0 0 m m，且在設定於 1 5 0 °C 之熱風循環式恆溫槽內，將附有標點之該薄膜 1 0 枚以無緊張下釣下，保持 3 0 分鐘後取出並且測定標點間的距離 (L (m m))，且將下式計算之熱收縮率 (單位： %) 予以平均求出。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (28)

$$\text{熱收縮率} = 100 \times [(L_0 - L) / L_0]$$

(16) 薄膜厚度

將薄膜之全部厚度以微計器隨意測定 10 點，並且使用其平均值。層厚度為與上述薄膜中之粒子之粒徑測定同樣地以穿透型電子顯微鏡，觀察薄膜超薄切片，並由層之境界面求出。

(17) 電磁變換特性 (A)

於該薄膜平坦側表面，將下述調製之磁性塗料塗布成厚度 $1.2 \mu m$ ，且其次於 2,500 高斯之直流磁場中進行定向處理，並於 $120^{\circ}C$ 下加熱乾燥後，進行超研光處理（線壓 $300 kg/cm$ 、溫度 $90^{\circ}C$ ）、捲取。將此捲取之滾筒於 $55^{\circ}C$ 之烤爐中放置 3 日。

〈 磁性塗料之調製 〉

將下述所示組成放入球磨，並且混練、分散 16 小時後，加入異氰酸酯化合物（Biel 製、Desmodule L）5 重量份，並且高速剪斷分散 1 小時，作成磁性塗料。

• 塗料之組成

針狀鐵粒子	100 重量份
氯乙烯醋酸乙烯酯共聚物	15 重量份

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (29)

(積水化學製、Eslac 7A)

熱塑性聚胺基甲酸酯樹脂	5 重量份
氧化鉻	5 重量份
炭黑	5 重量份
卵磷脂	2 重量份
脂肪酸酯	1 重量份
甲苯	3 0 重量份
甲基乙基酮	5 0 重量份
環己酮	7 0 重量份

再者，於磁性記錄層反側之薄膜表面，將下述組成之塗液塗布厚度 0 . 5 μ m 作為背塗層，並且乾燥後裁斷，取得磁帶。

• 背塗層組成

炭黑	1 0 0 重量份
熱塑性聚胺基甲酸酯樹脂	6 0 重量份
異氰酸酯化合物	1 8 重量份
(日本 Dolyurethane 工業製、CORONET L)	
矽油	0 . 5 重量份
甲基乙基酮	2 5 0 重量份
甲苯	5 0 重量份

其次，使用以下之市售機器，測定磁帶之特性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (30)

• 使用機器：

8 m m 磁帶錄影機：SONY (株) 製、EDV-6000

C/N 測定：CIBASOC (株) 製、Noise Meter

(a) C / N 測定

將記錄波長 0 . 5 μ m (周波數約 7 . 4 M H z) 之信號記錄，並將其放送信號於 6 . 4 M H z 與 7 . 4 M H z 之值之比視為此帶之 C / N，以下述比較例 9 中之值作為基準，並以下述基準進行評價。

基準 + 3 d B 以上	◎
基準 + 未滿 3 D b ~ 基準 + 1 d B 以上	○
基準 + 未滿 1 d B	×

(b) 脫落

使用脫落計數器，以 2 0 μ s / 2 0 d B 測定每 1 分鐘之個數。

0 ~ 1 9 個 / 分	○
2 0 個 / 分以上	×

(c) 行走耐久性

測定於溫度 2 5 $^{\circ}$ C、濕度 5 5 % R H 之條件下，將磁帶以行走速度 8 5 公分 / 分鐘重覆記錄放送 1 0 0 0 回後之 C / N，並根據初期值以後之參差不齊，以下列之基準

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (31)

判定行走耐久性。

初期值以後之參差不齊	判定
- 1 . 0 d B 以上	○
未滿 - 1 . 0 d B	×

(1 8) 電磁變換特性 (B)

於薄膜 B 層表面，以真空澱積法將鈷 1 0 0 % 之強磁性薄膜，以 0 . 0 2 μ m 之厚度形成 2 層（各層厚度約 0 . 0 1 μ m ），並於其表面，依序設置類金剛石炭（ D L C ）膜、及含氟羧酸系之潤滑層，並於磁性層之反側表面，以公知方法設背塗層。其後，以 8 m m 寬度開縫，並且裝於市售的 8 m m 錄影帶盒中。其次，使用以下的市售機器，測定磁帶之特性。

• 使用機器：

8 m m 磁帶錄影機：SONY（株）製、EDV-6000

C/N測定：CIBASOC（株）製、Noise Meter

(a) C / N 測定

將記錄波長 0 . 5 μ m（周波數約 7 . 4 M H z）之信號記錄，並將其放送信號於 6 . 4 M H z 與 7 . 4 M H z 之值之比視為此帶之 C / N，以市售 8 m m 錄影機用澱積帶之 C / N 視為 0 d B，並以相對值，依據下述之基準評價 C / N。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (32)

相對值	C / N
基準 + 3 d B 以上	◎
基準 + 未滿 3 d B ~ 基準 + 1 d B 以上	○
基準 + 未滿 1 d B	×

(b) 行走耐久性

測定於溫度 5 5 ℃ 、濕度 7 5 % R H 之高溫高濕條件下，將磁帶以行走速度 8 5 公分 / 分鐘重覆記錄放送 4 0 0 回後之 C / N ，並根據初期值以後之參差不齊，以下列之基準判定行走耐久性。

初期值以後之參差不齊	判定
+ 0 . 0 d B 以上	◎
- 1 . 0 d B 以上、未滿 0 . 0 d B	○
未滿 - 1 . 0 d B	×

(1 9) 濕熱安定性

於溫度 6 0 ℃ 、濕度 8 0 % R H 之高溫高濕條件下，將磁帶放置 9 0 小時後，以目視觀察澱積表面有無腐蝕，並以下列基準評價濕熱安定性。

目視觀察結果	判定
無腐蝕	○

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (33)

有腐蝕

×

(2 0) 離子性鹵素含量

根據下述順序測定。

- 1) 於玻璃皿型鐵弗龍容器中放入 1 0 毫升超純水。
- 2) 將一邊為 5 公分正方形切開之樣品，以萃取面為水側並且於水面中浮起。
- 3) 進行 3 0 分鐘超音波。
- 4) 將萃取液以離子層析予以分析。

〈離子層析測定條件〉

機種：Dionex 公司製 4 0 0 0 I

柱：Ionpac AG 4A-SC/AS4A-SC

溶離液：1.80Mm Na_2CO_3 +1.70Mm NaHCO_3

再生液：0 . 0 2 5 N H_2SO_4

檢測器：導電度

流速：1 . 5 毫升／分鐘

消除器：Micromenplan Suppressor

檢測離子種類： F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-}

(2 1) 有機極性溶劑含量

將試料對應於殘留溶劑採樣精秤 1 ~ 1 0 0 毫克，並以下述條件，以熱萃取實施氣相層析 (G C) 測定。

測定條件

G C 裝置 5 8 9 0 sirees II (HEWLETT PACKARD)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (34)

柱 DB - 17 (0.25mm $\varnothing$ $\times$ 30m $\times$ 0.5 μ m J&W)

柱溫 160 - 220 $^{\circ}$ C 2 分鐘維持 8 $^{\circ}$ C / 分鐘

注入口溫度 300 $^{\circ}$ C 、分裂比 1 / 60

H S 溫度 J H S - 100 型 (日本分析工業)

熱處理溫度 $\times$ 時間 280 $^{\circ}$ C $\times$ 10 分鐘

吸附溫度 & 吸附劑 -60 $^{\circ}$ C & 石英棉

脫附溫度 & 脫附時間 20 $^{\circ}$ C - 255 $^{\circ}$ C & 20 秒

實施例 1

將對苯二胺 25 莫耳 % 與 3,4 - 二胺基二苯醚 25 莫耳 % 作為二胺成分，並以對苯二醯氯 50 莫耳 % 作為酸成分，於 NMP (N - 甲基吡咯烷酮) 。

將其二分割，於薄膜 A 層用中，係將平均粒徑 8,000 nm 之氫氧化鈣 (井上石灰製) 以均質器於 NMP 中分散，並以沙磨細分化成平均粒徑 3,000 nm 後，以過濾器 (日本 Pole 製、HDC II、開孔 50 μ m) 予以過濾，以平均粒徑 2,000 nm 之氫氧化鈣之 NMP 流漿型式進行添加。添加量為將該流漿於上述流漿中，相對於對苯二醯氯 50 莫耳 % 之氫氧化鈣為 50.4 莫耳 % 地添加，作成製膜原料液 (A) 。此製膜原料液之 pH 為 4.7。又，聚合物之對數黏度為 3.5。

於薄膜 B 層用中，同樣地令製膜原料液之 pH 為呈 3.8 地添加平均粒徑 2,000 nm 之氫氧化鈣的

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (35)

N M P 流漿，作成製膜原料液 (B)。(對數粘度 3 . 5)。

將此些原料液於管嘴內，以最終薄膜之薄膜 A 層與薄膜 B 層兩者為 2 . 0 μ m 地予以二層疊層，並再於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之金屬帶上涎流，於 1 0 0 $^{\circ}$ C 乾燥 2 小時後，以 1 2 0 $^{\circ}$ C、1 5 0 $^{\circ}$ C 階段地提高溫度，並且合計乾燥 1 0 分鐘，取得具有自我保持性之未延拉薄膜。尚，將薄膜 A 層於空氣側製膜，其他層為於帶側製膜。將此未延拉薄膜連續地由帶上剝離並且導入水槽中，進行脫溶劑與脫鹽。

將所得之未延拉薄膜層合體於低速及高速筒間，以薄膜溫度 3 5 0 $^{\circ}$ C 於縱方向延拉 2 . 7 倍，其後供給至伸幅機，以 3 8 0 $^{\circ}$ C 於橫方向延拉 2 . 7 倍，並將所得之雙軸延拉薄膜於 4 0 0 $^{\circ}$ C 下熱處理 1 分鐘，取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

所得芳香族聚醯胺薄膜層合體於薄膜 A 層中之中和劑殘渣的平均粒徑為 4 0 0 n m。另一方面，於薄膜 B 層中並未察見被認為係為中和劑殘渣之粒子。所得薄膜層合體之物性及特性示於表 2。

實施例 2

除了令形成薄膜 B 層之製膜原料液的 p H 為 4 . 5 以外，依據實施例 1 同樣之方法，以表 1 所示之條件取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性及特性示於表 2。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (36)

實施例 3

除了令二胺成分 (計 5 0 莫耳 %) 之莫耳比為對苯二胺 3 7 . 5 莫耳 % 、 及 3 , 4 ' - 二胺基二苯醚 1 2 . 5 莫耳 % 以外 , 同實施例 1 處理取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。

實施例 4

除了令二胺成分 (計 5 0 莫耳 %) 之莫耳比為對苯二胺 1 2 . 5 莫耳 % 、 及 3 , 4 ' - 二胺基二苯醚 3 7 . 5 莫耳 % 以外 , 同實施例 1 處理取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。

實施例 5

將平均粒徑 1 , 3 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿以 p H 5 . 5 添加 , 作成一者之製膜原料液。另一者為同樣處理 , 將製膜原料液之 p H 為 4 . 3 地添加平均粒徑 3 , 0 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿 , 作成製膜原料液 (對數粘度 3 . 5) 。

除了將二層之厚度各作成 1 0 μ m , 且粒徑為如表 1 以外 , 同實施例 2 處理 , 取得最終厚度 2 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。

比較例 1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (37)

除了省略延拉工程以外，依據實施例 1 表 1 之條件，取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。因為未被延拉故表面突起之形成不足，因此，摩擦係數高，且捲取性差。

比較例 2

除了將薄膜 A 層及薄膜 B 層之製膜原料液分別作成 p H 3 . 6 ，且兩層均令中和劑粒子消失以外，依據實施例 1 表 1 之條件，取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。可理解其操作性差。

比較例 3

除了將氫氧化鈣之 N M P 流漿以砂磨細分化為平均粒徑 1 , 0 0 0 n m 後，以過濾器（日本 Pole 製、H D C II 、開孔 2 0 μ m ）予以過濾，於聚合系中添加平均粒徑 3 5 0 n m 氫氧化鈣之 N M P 流漿、調整成 p H 3 . 5 ，並且令中和劑粒子消失以外，同實施例 1 處理作成製膜原料液。

將其二分割，一者為供給形成三層塑模之第一層及第三層，即薄膜層合體之兩表層。剩餘的第二層中，將平均粒徑 1 . 5 μ m 之正球狀矽石，相對於樹脂之固形成分添加混合 0 . 3 重量 % 後，於該三個層塑模之第二層中，即薄膜之中間層中供給。以下依據實施例 1 取得最終厚度

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (38)

5 . 0 μ m (表面層各為 1 . 0 μ m) 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。可理解其操作性差。

比較例 4

僅使用比較例 3 中含有第二層用之正球狀矽石之製膜原料液，並且依據表 1 之條件，取得最終厚度 5 . 0 μ m 之單層芳香族聚醯胺薄膜。薄膜之物性及特性示於表 2 。因為含有外部添加粒子之層為在最外層露出，故可理解其剝落性差。

比較例 5

除了令添加前之中和劑粒徑為 2 2 , 0 0 0 n m 、薄膜 A 層用之製膜原料液之 p H 調整為 4 . 5 、作成具有粗大突起之表面以外，依據實施例 1 表 1 之條件，取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及特性示於表 2 。可理解其為空隙比大、剝落性差。

比較例 6

薄膜 A 層用之製膜原液為同實施例 2 作成，並於其中將平均粒徑 4 0 0 n m 之正球狀矽石相對於樹脂固形成分，添加 0 . 2 % 。薄膜 B 層及製膜條件為同實施例 2 處理，取得最終厚度 4 . 0 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (39)

。含無機粒子層之粒子為外部添加粒子，故可理解其空隙
比大、剝落性差。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (40)

表 1

	DAPE/PP DA比率 (莫耳%)	A 層				中間層			B 層			薄膜厚度 (μm)
		中和劑 粒子種類	添加時粒徑 (nm)	p H	中和後粒徑 (nm)	層厚 (μm)	中和劑 粒子種類	粒徑 (nm)	中和劑 粒子種類	p H	中和後粒徑 (nm)	
實施例1	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	400	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	消失	4.0
實施例2	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	400	無	—	—	Ca(OH) ₂	4.5	50	4.0
實施例3	12.5/37.5	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	400	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	消失	4.0
實施例4	37.5/12.5	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	400	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	消失	4.0
實施例5	25/25	Ca(OH) ₂	1,300	4.7	300	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	400	20.0
比較例1	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	400	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	消失	4.0
比較例2	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	3.6	消失	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.6	消失	4.0
比較例3	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	3.5	消失	3	外添SiO ₂	1,500	Ca(OH) ₂	3.5	消失	5.0
比較例4	25/25	—	—	—	—	5	外添SiO ₂	1,500	—	—	—	5.0
比較例5	25/25	Ca(OH) ₂	22,000	4.5	3,500	無	—	—	Ca(OH) ₂	3.8	50	4.0
比較例6	25/25	Ca(OH) ₂	2,000	4.7	消失外添SiO ₂	無	—	—	Ca(OH) ₂	4.5	50	4.0

DAPE:3,4'-二胺基二苯醚

PPDA:對苯二胺

外添 SiO₂:外部添加正球狀矽石

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

裝

五、發明說明 (41)

表 2

	延拉倍率 縱×橫	面積倍率	表面粗度Ra(nm)		A 層		楊氏模量(kg/mm ²)			摩擦係數	捲取性	耐削性	B 層 突起頻率 (個/mm ²)
			A 層	B 層	突起頻率 (個/mm ²)	空隙	縱	橫	縱+橫				
實施例1	2.7×2.7	7.3	12.2	0.9	18,500	1.2	1,250	1,250	2,500	○	○	○	無
實施例2	2.7×2.7	7.3	12.5	1.1	18,500	1.2	1,250	1,250	2,500	◎	○	○	18,500
實施例3	2.7×2.7	7.3	12.8	1.0	18,500	1.2	1,350	1,350	2,700	○	◎	○	無
實施例4	2.7×2.7	7.3	11.7	0.9	18,500	1.2	1,150	1,150	2,300	○	◎	○	無
實施例5	2.7×2.7	7.3	14.9	9.3	44,000	1.2	1,250	1,250	2,500	◎	◎	◎	7,500
比較例1	1.0×1.0	1.0	2.5	1.0	不能判別	1.0	600	600	1,200	×	×	○	無
比較例2	2.7×2.7	7.3	0.7	0.7	無	—	1,250	1,250	2,500	×	×	○	無
比較例3	2.7×2.7	7.3	41.1	40.8	—	—	1,250	1,250	2,500	×	×	○	無
比較例4	2.7×2.7	7.3	65.9	65.3	150	1.9	1,250	1,250	2,500	◎	○	×	無
比較例5	2.7×2.7	7.3	103.5	33.5	60	2.5	1,250	1,250	2,500	◎	◎	×	18,500
比較例6	2.7×2.7	7.3	12.5	1.0	18,500	2.2	1,250	1,250	2,500	○	○	×	18,500

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (42)

實施例 6

將對苯二胺 2 5 莫耳 %、及 3, 4'-二胺基二苯醚 2 5 莫耳 % 作為二胺成分，並以對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 作為酸成分，於 N M P (N - 甲基吡咯烷酮) 中聚合。

另一方面，將平均粒徑 8, 0 0 0 n m 之氫氧化鈣 (井上石灰製) 以均質器於 N M P 中分散，並以砂磨細粉化為平均粒徑 2, 8 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 5 0 μ m) 予以過濾，作成平均粒徑 1, 9 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿。

將上述之流漿二分割，於 A 層用中，係將此流漿以相對於對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 之氫氧化鈣為 5 0 . 2 莫耳 % 地添加，作成製膜原料液 (A)。此製膜原料液 (A) 之 p H 為 4 . 7。又，聚合物之對數粘度為 3 . 5。

於上述流漿之另一者中，將上述所得之氫氧化鈣流漿再以砂磨處理作成平均粒徑 9 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 2 0 μ m) 予以過濾、作成平均粒徑 6 0 0 n m 者，以相對於對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 之氫氧化鈣為 5 0 . 3 莫耳 % 地添加，作成製膜原料液 (B)。

將所得之製膜原料液 (A) 及 (B) 於 1 0 0 $^{\circ}$ C 加熱，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之管嘴內，將製品薄膜以 A 層為 0 . 5 μ m、B 層為 5 . 5 μ m 地予以二層疊層，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之金屬帶上涎流，於 1 0 0 $^{\circ}$ C 乾燥 2 分鐘後，以 1 2 0 $^{\circ}$ C、1 5 0 $^{\circ}$ C 階段地提高溫度，並且合計乾燥 1 0 分鐘，取得

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (43)

具有自我保持性之未延拉薄膜層合體。尚，將薄膜 A 層於帶側製膜。將此未延拉薄膜層合體連續地由帶上剝離並且導入水槽中，進行脫溶劑與脫鹽，其後，以 1 5 0 °C 乾燥 1 5 分鐘。

將所得之未延拉薄膜層合體於低速、高速滾筒間，以薄膜溫度 3 5 0 °C 於縱方向延拉 2 . 5 倍，其後供至伸幅機，以 3 8 0 °C 於橫方向延拉 3 . 0 倍，並將所得之雙軸延拉薄膜層合體於 4 0 0 °C 下熱處理 1 分鐘，取得最終厚度 6 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

所得薄膜層合體中之中和劑殘渣的平均粒徑為 A 層內為 3 0 0 n m 、 B 層內為 1 0 0 n m 。其他之構成、物性、塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5 。

實施例 7 ~ 1 1

依據實施例 6 ，以表 2 之條件作成表 3 所示構成之薄膜。此些芳香族聚醯胺薄膜層合體之物性、塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5 。

實施例 1 2

依據實施例 6 ，將聚合物聚合並且二分割。其一者為，將氫氧化鈣流漿以添加時之中和劑粒徑為 1 , 6 0 0 n m 、中和後為 3 0 0 n m 地添加，作成 p H 4 . 9 之製膜原料液 (A) 。

剩餘之一方為將平均粒徑 1 , 6 0 0 n m 之氫氧化鈣

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (44)

流漿以 pH 3 . 6 地添加、調整製膜原料液 (C) 。於此製膜原料液 (C) 中，並未確認到起因於中和劑殘渣之粒子。使用二台擠壓機並以三層管嘴予以疊層，依據實施例 1 作成 (A) - (C) - (A) (2 . 5 、 4 . 0 、 0 . 5 μ m) 三層薄膜層合體。將最終成為 2 . 5 μ m 厚之側作為 A 層，且於漣流時作為帶面側。所得薄膜層合體之物性、塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5 。

實施例 1 3

除了將二胺成分 (計 5 0 莫耳 %) 之莫耳比為對苯二胺 3 7 . 5 莫耳 % 及 3 , 4 ' - 二胺基二苯醚 1 2 . 5 莫耳 % 、且 A 層厚度、B 層厚度如表 3 所示變更以外，同實施例 6 處理取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5 。

實施例 1 4

除了將二胺成分 (計 5 0 莫耳 %) 之莫耳比為對苯二胺 1 2 . 5 莫耳 % 及 3 , 4 ' - 二胺基二苯醚 3 7 . 5 莫耳 % 、且 A 及 B 層之厚度變更以外，同實施例 6 處理取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。薄膜層合體之物性及塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5 。

比較例 7 、 9 及 1 0

依據實施例 6，以表 3 及表 4 所示之構成和條件，作

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (45)

成各試料薄膜。薄膜層合體之物性及塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5。

比較例 8

以實施例 1 2 之製膜原料液 (C) 作為 A 層側，並以表 3 及表 4 所示構成和條件，依據實施例 6 取得表 3 所示之薄膜層合體。薄膜層合體之物性及塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5。

比較例 1 1

將實施例 1 2 之製膜原料液 (C) 二分割，於其一者中加入正球狀矽石 (粒徑 6 0 0 n m ϕ)、作成 A 層用之製膜原料液，並將分割之另一者就其原樣作為 B 層用之製膜原料液，且依據實施例 6 取得表 3 所示之薄膜層合體。薄膜層合體之物性及塗布型磁帶特性示於表 4 及表 5。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

A7
B7

五、發明說明 (46)

表 3

	DAPE/ PPDA比 率 (莫耳%)	A層					中間層			B層					薄膜厚度 (μ m)
		中和劑 粒子種類	添加時 粒徑 (nm)	pH	中和後 粒徑 (nm)	層厚 (μ m)	中和劑 粒子種類	粒徑 (nm)	層厚 (μ m)	中和劑 粒子種類	添加時 粒徑 (nm)	pH	中和後 粒徑 (nm)	層厚 (μ m)	
實施例6	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	5.5	6.0
實施例7	25/25	Ca(OH) ₂	7,000	4.6	900	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	500	4.8	80	3.5	4.0
實施例8	25/25	Ca(OH) ₂	900	5.0	180	1.0	—	—	無	Ca(OH) ₂	900	5.0	150	3.0	4.0
實施例9	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	3.5	4.0
實施例10	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	2.5	3.0
實施例11	25/25	CaCO ₃	1,800	5.1	400	1.5	—	—	無	CaCO ₃	600	4.9	100	2.5	4.0
實施例12	25/25	Ca(OH) ₂	1,600	4.9	300	2.5	無	—	4.0	Ca(OH) ₂	1,600	4.9	300	0.5	7.0
實施例13	12.5/37.5	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	3.0	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	6.0	9.0
實施例14	37.5/12.5	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	4.0	4.5
比較例7	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	4.7	300	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	3.5	4.0
比較例8	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	3.6	消失	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	200	4.6	30	3.5	4.0
比較例9	25/25	Ca(OH) ₂	20,500	4.4	2,500	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	600	4.9	100	3.5	4.0
比較例10	25/25	Ca(OH) ₂	320	7.0	50	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	200	4.6	30	3.5	4.0
比較例11	25/25	Ca(OH) ₂	1,900	3.6	外添 SiO ₂ :600	0.5	—	—	無	Ca(OH) ₂	1,900	3.6	消失	3.5	4.0

DAPE:3,4'-二胺基二苯醚
PPDA:對苯二胺
外添 SiO₂:外部添加正球狀矽石

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (47)

表 4

	延拉倍率		表面粗度 Ra(nm)		A 層		B 層 突起頻率 (個/mm ²)
	縱×橫	面積倍率	A 層	B 層	突起頻率 (個/mm ²)	空隙比	
實施例 6	2.5×3.0	7.5	4.2	1.9	14,500	1.05	80,000
實施例 7	2.5×3.0	7.5	12.3	2.5	430	1.10	106,000
實施例 8	2.5×3.0	7.5	6.1	2.1	54,000	1.02	33,000
實施例 9	2.0×3.5	7.0	4.8	2.0	12,000	1.04	78,000
實施例 10	2.8×2.8	7.8	5.5	2.0	16,500	1.05	85,000
實施例 11	2.5×3.0	7.5	10.8	2.5	34,000	1.03	66,000
實施例 12	2.5×3.0	7.5	7.8	4.5	22,000	1.01	22,000
實施例 13	2.5×3.0	7.5	7.5	2.3	14,500	1.02	80,000
實施例 14	2.5×3.0	7.5	4.4	2.0	14,500	1.03	80,000
比較例 7	1.0×1.0	1.0	2.1	1.8	不能判別	1.00	不能判別
比較例 8	2.5×3.0	7.5	1.5	3.1	無	—	230,000
比較例 9	2.5×3.0	7.5	32.7	7.7	20	2.25	80,000
比較例 10	2.5×3.0	7.5	4.8	3.2	1,250,000	1.03	230,000
比較例 11	2.5×3.0	7.5	6.6	2.2	3,000	2.40	無

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

裝

五、發明說明 (48)

表 5

	楊氏模量 (kg/mm ²) 縱+橫	彎曲剛度 (mg•mm)	斷裂強度 縱 (kg/mm ²)	熱收縮率 (%) 最大	空氣脫出 指數 (mmHg/hr)	捲取性	耐創性 A層	行走摩擦係數 (針/薄膜) B層	C/N (A)	脫落	行走 耐久性
實施例6	2,500	7.0	45	0.3	4.5	○	◎	○	◎	○	○
實施例7	2,500	7.0	45	0.3	13.7	◎	○	○	○	○	○
實施例8	2,500	7.0	45	0.3	6.1	○	◎	○	◎	○	○
實施例9	2,350	5.6	42	0.3	5.5	○	◎	○	◎	○	○
實施例10	2,600	7.8	49	0.3	8.2	○	◎	○	◎	○	○
實施例11	2,500	7.0	45	0.3	11.8	◎	○	○	○	○	○
實施例12	2,500	7.0	45	0.3	9.3	◎	◎	◎	○	○	○
實施例13	2,800	7.1	49	0.1	8.4	○	◎	○	○	○	○
實施例14	2,300	6.9	42	0.5	4.2	○	◎	○	◎	○	○
比較例7	1,200	4.2	22	1.2	2.2	×	○	×	×	○	×
比較例8	2,500	7.0	45	0.3	1	×	◎	○	◎	○	×
比較例9	2,500	7.0	45	0.3	37.6	◎	×	◎	×	×	○
比較例10	2,500	7.0	45	0.3	2.9	×	×	○	◎	×	○
比較例11	2,500	7.0	45	0.3	8.3	◎	×	×	◎	×	×

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

裝

五、發明說明 (49)

實施例 1 5

將對苯二胺 2 5 莫耳 %、及 3, 4'-二胺基二苯醚 2 5 莫耳 % 作為二胺成分，並以對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 作為酸成分，於 N M P (N - 甲基吡咯烷酮) 中聚合。另一方面，將平均粒徑 8, 0 0 0 n m 之氫氧化鈣 (井上石灰製) 以均質器於 N M P 中分散，並以砂磨細粉化為平均粒徑 4, 0 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 5 0 μ m) 予以過濾，作成平均粒徑 2, 5 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿，作為 A 層用。將上述之流漿再以砂磨處理作成平均粒徑 1, 0 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 2 0 μ m) 予以過濾，作成平均粒徑 7 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿，作為 B 層用中和劑。將上述之流漿二分割，於 A 層用中係將上述平均粒徑 2, 5 0 0 n m 之流漿，於 B 層用中係將平均粒徑 7 0 0 n m 之流漿，以相對於對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 之氫氧化鈣分別為 5 0 . 2 莫耳 % 及 5 0 . 1 莫耳 % 地添加，作成製膜原料液 (A) 及 (B)。此些製膜原料液之 p H 分別為 4 . 7 及 4 . 5。又，聚合物之對數粘度均為 3 . 5。

將所得之製膜原料液 (A) 及 (B) 於 1 0 0 $^{\circ}$ C 加熱，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之管嘴內，將製品薄膜以 A 層為 1 . 0 μ m、B 層為 3 . 0 μ m 地予以二層疊層，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之金屬帶上涎流，於 1 0 0 $^{\circ}$ C 乾燥 2 分鐘後，以 1 2 0 $^{\circ}$ C、1 5 0 $^{\circ}$ C 階段地提高溫度，並且合計乾燥 1 0 分鐘，取

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (50)

得具有自我保持性之未延拉薄膜層合體。尚，將薄膜 A 層於帶側製膜。將此未延拉薄膜層合體連續地由帶上剝離並且導入水槽中，進行脫溶劑與脫鹽，其後，以 180℃ 乾燥 3 分鐘。

將所得之未延拉薄膜層合體於低速、高速滾筒間，以薄膜溫度 350℃ 於縱方向延拉 2.5 倍，其後供給至伸幅機，以 380℃ 於橫方向延拉 3.0 倍，並將所之雙軸延拉薄膜層合體於 400℃ 下熱處理 1 分鐘，取得最終厚度 4.0 μm 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

所得薄膜層合體中之中和劑殘渣的平均粒徑為 A 層內為 400 nm、B 層內為 100 nm。其他之構成、物性、塗布型磁帶特性示於表 6 及表 7。

實施例 16 ~ 23

分別採用表 6 及表 7 所示之條件，依據實施例 15 取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。此些薄膜層合體之物性及使用此些薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7。

比較例 12

除了使用同於實施例 15 之製膜原料液，且不進行延拉以外，同實施例 15 處理取得最終厚度 4.0 μm 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性及使用此薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (51)

比較例 1 3

令實施例 1 5 中之 B 層用之聚合物不中和地作為製膜原料液 (B) 。於帶上涎流後具有自我保持性為止同實施例 1 5 進行乾燥，其後不進行水洗處理地於 1 8 0 ℃ 下乾燥 5 分鐘後，同實施例 1 5 施行延拉、熱處理，取得最終厚度 4 . 0 μ m 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性及使用此薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7 。因為省略水洗工程，故殘留氯離子，因此濕熱安定性不良。

比較例 1 4 及 1 5

分別採用表 6 及表 7 所示之條件，依據實施例 1 5 取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。此些薄膜層合體之物性及使用此些薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7 。比較例 1 4 因 A 層側粒子過大，故削落性差，因對金屬薄膜之突起形狀轉印亦大，故電磁轉換特性差。另一方面，比較例 1 5 因 B 層過粗，故 B 層之削落性差，且電磁轉換特性亦不佳。

比較例 1 6

於實施例 1 5 之 A 層側設置金屬薄膜層、B 層側設置背塗層作成磁帶。此些薄膜層合體之物性及使用此些薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7 。設置金屬

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (52)

薄膜層之薄膜表面粗，故電磁轉換特性差。

比較例 1 7

使用平均粒徑 7 0 0 n m 之氫氧化鈣作為中和劑，將 p H 3 . 6 聚合之聚合物予以中和。將所得之中和後之聚合物予以二分割，並於一者中添加平均粒徑 5 0 0 n m 之正球狀矽石，而另一者中添加平均粒徑 2 0 n m 之正球狀矽石於 N M P 中分散之流漿，分別作成製膜原料液 (A) 及 (B) 後，依據實施例 1 5 取得芳香族聚醯胺層合體。此薄膜之物性及使用此薄膜之金屬薄膜型磁帶特性示於表 6 及表 7。於所得薄膜中未確認到中和劑殘渣。

所添加之正球狀矽石為在 A 層中形成大的空隙，且於 B 層中劇烈凝集。因此兩層均為耐削性差。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (53)

表 6

	DAPE/ PPDA比率 (莫耳%)	A 層					B 層					薄膜厚度 (μ m)
		中和劑 粒子種類	添加時粒 徑 (nm)	pH	中和後粒 徑 (nm)	層厚 (μ m)	中和劑 粒子種類	添加時粒 徑 (nm)	pH	中和後粒 徑 (nm)	層厚 (μ m)	
實施例15	25/25	Ca(OH) ₂	2,500	4.7	400	1.0	Ca(OH) ₂	700	4.5	100	3.0	4.0
實施例16	25/25	Ca(OH) ₂	3,500	4.6	500	2.0	Ca(OH) ₂	130	4.7	20	2.0	4.0
實施例17	25/25	Ca(OH) ₂	3,500	4.6	500	0.5	CaCO ₃	300	4.5	40	2.5	3.0
實施例18	25/25	CaCO ₃	4,200	4.6	600	0.2	Ca(OH) ₂	600	4.4	70	1.8	2.0
實施例19	25/25	CaCO ₃	800	4.9	200	2.0	CaCO ₃	800	4.4	100	4.0	6.0
實施例20	25/25	CaCO ₃	7,000	4.5	800	2.0	Mg(OH) ₂	440	4.7	80	6.0	8.0
實施例21	25/25	Mg(OH) ₂	3,700	4.6	500	1.0	MgCO ₃	1,000	4.5	120	3.0	4.0
實施例22	35/15	CaCO ₃	2,800	4.6	400	1.0	Ca(OH) ₂	160	4.6	20	3.0	4.0
實施例23	15/35	CaCO ₃	2,900	4.6	400	1.0	CaCO ₃	1,600	4.4	150	3.0	4.0
比較例12	25/25	Ca(OH) ₂	2,500	4.7	400	1.0	Ca(OH) ₂	700	4.5	100	3.0	4.0
比較例13	25/25	Ca(OH) ₂	2,500	4.7	400	1.0	中和	—	2.3	—	3.0	4.0
比較例14	25/25	CaCO ₃	20,100	4.5	2,100	1.0	Ca(OH) ₂	700	4.5	100	3.0	4.0
比較例15	25/25	Ca(OH) ₂	2,500	4.7	400	1.0	Ca(OH) ₂	180	11.0	100	3.0	4.0
比較例16	25/25	Ca(OH) ₂	700	4.5	100	3.0	Ca(OH) ₂	2,500	4.7	400	1.0	4.0
比較例17	25/25	Ca(OH) ₂	700	3.6	消失外添 SiO ₂ :500	0.5	Ca(OH) ₂	700	3.6	消失外添 SiO ₂ :20	3.5	4.0

DAPE:3,4'-二胺基二苯醚

PPDA:對苯二胺

外添 SiO₂:外部添加正球狀矽石

五、發明說明 (54)

表 7

	延拉倍率 縱 × 橫	面積倍率	楊氏模量 (kg/mm ²) 縱 + 橫	表面粗度 Ra(nm)		A 層		B 層 突起頻率 (個/mm ²)
				A 層	B 層	突起頻率 (個/mm ²)	空隙	
實施例 15	2.5 × 3.0	7.50	2,500	6.2	1.2	10,000	1.07	38,000
實施例 16	2.0 × 3.5	7.00	2,600	7.3	1.0	6,300	1.05	375,000
實施例 17	2.2 × 3.3	7.26	2,500	3.5	1.0	3,900	1.05	98,000
實施例 18	2.5 × 3.0	7.50	2,500	7.5	0.9	920	1.03	33,000
實施例 19	2.5 × 3.0	7.50	2,500	8.4	1.2	96,000	1.01	31,000
實施例 20	2.5 × 3.0	7.50	2,500	6.6	1.5	1,800	1.08	87,000
實施例 21	2.5 × 3.0	7.50	2,500	6.2	1.3	3,900	1.03	17,000
實施例 22	2.5 × 3.0	7.50	2,500	5.4	0.9	8,400	1.05	187,000
實施例 23	2.0 × 3.0	6.00	2,500	5.5	1.2	8,400	1.05	8,200
比較例 12	1.0 × 1.0	1.00	1,200	2.5	1.0	不能判別	1.00	不能判別
比較例 13	2.5 × 3.0	7.50	2,500	6.1	0.6	10,000	1.07	0
比較例 14	2.5 × 3.0	7.50	2,500	21.3	8.8	40	2.20	38,000
比較例 15	2.5 × 3.0	7.50	2,500	8.3	11.5	10,000	1.07	2,700,000
比較例 16	2.5 × 3.0	7.50	2,500	1.2	6.3	38,000	1.01	10,000
比較例 17	2.5 × 3.0	7.50	2,500	4.7	1.1	3,900	2.10	132,000

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂 裝

線

五、發明說明 (55)

表 7 (續)

	鹵素檢測 (ng/mm ²)	摩擦係數	針 創 落		C / N (B)	行走耐久 性	濕熱安定 性	有機溶劑
			A 層	B 層				
實施例 15	○	○	○	○	○	○	○	3
實施例 16	○	◎	○	○	◎	○	○	2
實施例 17	○	○	○	◎	◎	◎	○	1
實施例 18	○	○	○	○	◎	○	○	2
實施例 19	○	○	○	○	○	○	○	5
實施例 20	○	◎	◎	○	○	○	○	10
實施例 21	○	○	○	◎	○	○	○	3
實施例 22	○	○	○	○	◎	○	○	1
實施例 23	○	○	○	◎	○	◎	○	1
比較例 12	○	×	○	○	×	×	○	8
比較例 13	×	○	○	○	◎	×	×	800
比較例 14	○	◎	×	○	×	◎	○	2
比較例 15	○	○	○	×	×	○	○	2
比較例 16	○	○	○	○	×	◎	○	2
比較例 17	○	○	×	×	○	○	○	2

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (56)

實施例 2 4

將對苯二胺 2 5 莫耳 %、及 3, 4'-二胺基二苯醚 2 5 莫耳 % 作為二胺成分，並以對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 作為酸成分，於 N M P (N - 甲基吡咯烷酮) 中聚合。另一方面，將平均粒徑 8, 0 0 0 n m 之氫氧化鈣 (井上石灰製) 以均質器於 N M P 中分散，並以砂磨細粉化為平均粒徑 5, 0 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 5 0 μ m) 予以過濾，作成平均粒徑 3, 8 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿，作為 A 層用。將上述之流漿再以砂磨處理作成平均粒徑 1, 0 0 0 n m 後，以過濾器 (日本 Pole 製、H D C II、開孔 2 0 μ m) 予以過濾，作成平均粒徑 8 0 0 n m 之氫氧化鈣之 N M P 流漿，作為 B 層用中和劑。將上述之流漿二分割，於 B 層用中係將上述平均粒徑 8 0 0 n m 之流漿，於 A 層用中係將平均粒徑 3, 8 0 0 n m 之流漿，以相對於對苯二醯氯 5 0 莫耳 % 之氫氧化鈣分別為 4 8 . 1 莫耳 % 及 5 0 . 2 莫耳 % 地添加，作成製膜原料液 (A) 及 (B)。此些製膜原料液之 p H 分別為 4 . 7 及 3 . 7。又，聚合物之對數粘度均為 3 . 5。

將所得之製膜原料液 (A) 及 (B) 於 1 0 0 $^{\circ}$ C 加熱，以 3 μ m 切割之過濾器過濾後，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之管嘴內，將製品薄膜以 B 層為 3 . 0 μ m、A 層為 1 . 0 μ m 地予以二層疊層，並於 1 0 0 $^{\circ}$ C 之金屬帶上涎流，於 1 0 0 $^{\circ}$ C 乾燥 2 分鐘後，以 1 2 0 $^{\circ}$ C、1 5 0 $^{\circ}$ C 階段地提高溫度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (57)

，並且合計乾燥 10 分鐘，取得具有自我保持性之未延拉薄膜層合體。尚，將薄膜 A 層於帶側製膜。將此未延拉薄膜層合體連續地由帶上剝離並且導入水槽中，進行脫溶劑與脫鹽，其後，以 180℃ 乾燥 3 分鐘。

將所得之未延拉薄膜層合體於低速、高速滾筒間，以薄膜溫度 350℃ 於縱方向延拉 2.5 倍，其後供給至伸幅機，以 380℃ 於橫方向延拉 3.0 倍，並將所得之雙軸延拉薄膜層合體於 400℃ 下熱處理 1 分鐘，取得最終厚度 4.0 μm 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。

所得之薄膜中，B 層中添加之中和劑粒子為消失，A 層中為中和劑殘渣之平均粒徑為 600 nm。其他之構成、物性、金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。

實施例 25 ~ 32

分別採用表 8 及表 9 所示之條件，依據實施例 24 取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。尚，將二種二胺成分之合計與對苯二醯氯之莫耳平衡調整於 1 對 1。此些薄膜之物性及使用此些薄膜之金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。

比較例 18

將實施例 24 之製膜原料液 (B) 予以二分割，且於其一者中添加平均粒徑 600 nm 之正球狀矽石，作為製膜原料液 (B)，並同實施例 24 處理取得最終厚度 4 μm 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性

五、發明說明 (58)

及使用此薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。因為粒子為外部添加，故粒子與薄膜之親和性不足且於粒子周邊形成空隙，因此粒子脫落所造成之脫落情況多。

比較例 19

除了使用同於實施例 24 之製膜原料液，且不進行延拉以外，同實施例 24 處理取得最終厚度 $4.0\ \mu\text{m}$ 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性及使用此薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。因為未經延拉，因而無法形成充分的突起，且捲取性差。又，因楊氏模量亦不足，故電磁轉換特性差。

比較例 20

使用表 8 所示之中和劑且同實施例 24 於帶上涎流。其次，於具有自我保持性為止同實施例 24 進行乾燥，但其後不進行水洗處理地於 $180\ ^\circ\text{C}$ 下乾燥 5 分鐘後，同實施例 24 施行延拉、熱處理，取得最終厚度 $4.0\ \mu\text{m}$ 之芳香族聚醯胺薄膜層合體。所得薄膜層合體之物性及使用此些薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。因為省略水洗工程，故殘留氯離子，因此濕熱安定性不良。

比較例 21 及 22

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (59)

分別採用表 8 及表 9 所示之條件，依據實施例 2 4 取得芳香族聚醯胺薄膜層合體。此些薄膜層合體之物性及使用此些薄膜層合體之金屬薄膜型磁帶特性示於表 8 及表 9。比較例 2 1 因 A 層側粒子過小，故空氣脫出性、捲取性差，另一方面，比較例 2 2 因 A 層過粗，故電磁變換特性差，且脫落亦多。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (60)

表 8

	DAPE/ PPDA比率 (莫耳%)	A 層						B 層					薄膜厚度 (μ m)
		中和劑 粒子種類	添加時粒 徑 (nm)	pH	中和後粒 徑 (nm)	層厚 (μ m)		中和劑 粒子種類	添加時粒 徑 (nm)	pH	中和後粒 徑 (nm)	層厚 (μ m)	
實施例24	25/25	Ca(OH) ₂	3,800	4.7	600	1.0		Ca(OH) ₂	800	3.7	消失	3.0	4.0
實施例25	25/25	Ca(OH) ₂	800	5.0	200	1.0		CaCO ₃	700	3.8	消失	3.0	4.0
實施例26	25/25	CaCO ₃	6,000	4.8	700	0.3		LiOH	1,000	3.6	消失	2.7	3.0
實施例27	25/25	CaCO ₃	700	4.9	150	3.0		LiOH	1,000	4.5	消失	2.0	5.0
實施例28	25/25	Ca(OH) ₂	9,500	4.8	1,000	0.5		LiOH	1,000	4.1	消失	6.5	7.0
實施例29	35/15	Ca(OH) ₂	1,100	5.2	300	2.0		Mg(OH) ₂	700	3.9	消失	2.0	4.0
實施例30	15/35	Ca(OH) ₂	3,800	4.7	600	2.0		MgCO ₃	500	4.1	消失	2.0	4.0
實施例31	25/25	Ca(OH) ₂	3,800	4.7	600	1.5		Li ₂ CO ₃	1,000	4.0	消失	2.5	4.0
實施例32	25/25	CaCO ₃	2,500	4.8	400	1.5		Li ₂ CO ₃	1,000	4.0	消失	2.5	4.0
比較例18	25/25	Ca(OH) ₂	800	3.7	消失外添 SiO ₂ :600	1.0		Ca(OH) ₂	800	3.7	消失	3.0	4.0
比較例19	25/25	Ca(OH) ₂	3,800	4.7	600	1.0		Ca(OH) ₂	800	3.7	消失	3.0	4.0
比較例20	25/25	Ca(OH) ₂	3,800	4.7	600	1.0		LiOH	1,000	4.3	消失	3.0	4.0
比較例21	25/25	CaCO ₃	260	4.8	30	1.0		CaCO ₃	700	4.0	消失	3.0	4.0
比較例22	25/25	Ca(OH) ₂	1,800	5.9	600	1.0		Li ₂ CO ₃	1,000	3.5	消失	3.0	4.0

DAPE:3,4'-二胺基二苯醚

PPDA:對苯二胺

外添 SiO₂:外部添加正球狀矽石

五、發明說明 (61)

表 9

	延拉倍率 縱×橫	面積倍率	楊氏模量 (kg/mm ²) 縱+橫	表面粗度 Ra(nm)		A 層		鹵素檢測 (ng/mm ²) B 層
				A 層	B 層	突起頻率 (個/mm ²)	空隙	
實施例 24	2.5×3.0	7.50	2,500	8.0	0.9	5,500	1.07	○
實施例 25	2.8×2.8	7.84	2,800	5.0	0.7	95,000	1.03	○
實施例 26	3.0×2.5	7.50	2,500	6.5	0.6	400	1.09	○
實施例 27	2.0×3.0	6.00	2,300	4.8	1.1	96,000	1.01	○
實施例 28	2.5×2.5	6.25	2,400	10.4	0.7	160	1.10	○
實施例 29	2.5×3.0	7.50	2,400	12.5	0.8	73,000	1.02	○
實施例 30	2.5×3.0	7.50	2,700	8.5	1.1	6,300	1.08	○
實施例 31	2.5×3.0	7.50	2,400	8.2	1.0	6,300	1.05	○
實施例 32	2.5×3.5	8.75	2,600	6.2	0.9	12,600	1.04	○
比較例 18	2.5×3.0	7.50	2,500	7.4	1.0	5,500	2.35	○
比較例 19	1.0×1.0	1.00	1,100	3.1	0.7	不能判別	1.00	○
比較例 20	2.5×3.0	7.50	2,500	7.7	0.8	5,500	1.07	×
比較例 21	2.5×3.0	7.50	2,500	0.8	0.5	9,400	1.00	○
比較例 22	2.5×3.0	7.50	2,500	25.5	10.2	63,000	1.08	○

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (62)

表 9 (續)

	空氣脫出指數 (mmHg/hr)	捲取性	C / N (A)或(B)	脫落	濕熱安定性	有機溶劑
實施例 24	5.0	○	○	○	○	2
實施例 25	3.2	○	◎	◎	○	4
實施例 26	7.4	◎	○	○	○	1
實施例 27	2.6	○	◎	○	○	3
實施例 28	8.4	◎	○	○	○	7
實施例 29	6.0	○	○	◎	○	2
實施例 30	5.0	○	○	○	○	2
實施例 31	5.4	○	○	○	○	2
實施例 32	4.2	○	○	○	○	5
比較例 18	6.6	○	○	×	○	2
比較例 19	0.8	×	×	○	○	8
比較例 20	5.6	○	○	○	×	800
比較例 21	0.4	×	◎	◎	○	2
比較例 22	32.4	○	×	×	○	2

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

A5
B5

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 芳香族聚醯胺薄膜層合體)

一種芳香族聚醯胺薄膜層合體，其為由芳香族聚醯胺所形成之雙軸定向薄膜之至少二個薄膜所構成的薄膜層合體，其特徵為 (1) 於該層合體之最表層薄膜 A 層中，含有由周期表 I a 族及 II a 族所選出之至少一種金屬的氫氧化物或碳酸鹽所構成的無機粒子，且此無機粒子之平均粒徑為 80 ~ 1,500 nm，此薄膜 A 層之表面的表面粗度 (Ra^A) 為 1 ~ 20 nm，(2) 該層合體之前述 A 層反面之薄膜 B 層之表面的表面粗度 (Ra^B) 為 0.1 ~ 10 nm，且 (3) 薄膜 B 層之表面粗度 (Ra^B) 為此薄膜 A 層之表面粗度 (Ra^A) 更小 1 nm 以上。若根據本發明，則可提供一方面強度、易滑性、捲取性等之操作性優，且令高耐削性與平坦性兩立，並且於高溫多濕環境下之性能安定性亦優之適於磁性記錄媒體之基底薄膜的芳香族聚醯胺薄膜層合體及其製造方法，及使用此芳香族聚醯胺薄膜層合體，具有良好的電磁轉換特性且適於高密度記錄之金屬薄膜型高密度磁性記錄媒體及重疊層塗布型高密度磁性記錄媒體。

英文發明摘要 (發明之名稱： Aromatic polyamide film laminate)

An aromatic polyamide film laminate comprising at least two biaxially oriented films formed of an aromatic polyamide, wherein (1) a film layer A, which is the outermost layer of the laminate, contains inorganic particles produced from hydroxides or carbonates of at least one metal of the groups Ia and IIa of the periodic table, the inorganic particles having an average particle diameter of 80 to 1,500 nm, and has a surface roughness (Ra^A) of 1 to 20 nm, and (2) a film layer B, which is the layer opposite to the layer A of the laminate, has a surface roughness (Ra^B) of 0.1 to 10 nm, (3) the surface roughness (Ra^B) of the film layer B being smaller than the surface roughness (Ra^A) of the film layer A by 1 nm or more. According to the present invention, there can be provided an aromatic polyamide film laminate suitable for use as a base film for a magnetic recording medium, which attains high abrasion resistance and high flatness at the same time while having excellent handling properties such as strength, slipperiness and winding property and which also exhibits excellent performance stability under a high-temperature and high-humidity environment, ^{and} a production process therefor;

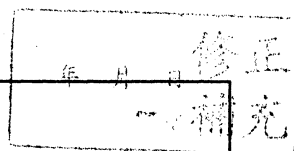
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製



六、申請專利範圍

第 88112334 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 91 年 1 月修正

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

1. 一種芳香族聚醯胺薄膜層合體，其為由芳香族聚醯胺所形成之雙軸定向薄膜之至少二個薄膜所構成的薄膜層合體，其特徵為

(1) 於該層合體之最表層薄膜 A 層中，含有由周期表 II a 族所選出之至少一種金屬氫氧化物或碳酸鹽所構成的無機粒子，且此無機粒子之平均粒徑為 $80 \sim 1,500 \text{ nm}$ ，此薄膜 A 層之表面的表面粗度 (R_a^A) 為 $1 \sim 20 \text{ nm}$ 、

(2) 該層合體之前述 A 層反面之薄膜 B 層之表面的表面粒度 (R_a^B) 為 $0.1 \sim 10 \text{ nm}$ ，且

(3) 薄膜 B 層之表面粗度 (R_a^B) 為比薄膜 A 層之表面粗度 (R_a^A) 更小 1 nm 以上。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 A 層之表面上的表面突起頻率為 $1 \times 10 \sim 1 \times 10^5$ 個 / mm^2 。

3. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 B 層之表面上的表面突起頻率為 $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^8$ 個 / mm^2 。

4. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 A 層為含有前述無機粒子，且此無機

六、申請專利範圍

粒子之平均粒徑為 $90 \sim 1,200 \text{ nm}$ ，此薄膜 A 層之表面的表面粗度 (R_a^A) 為 $2 \sim 10 \text{ nm}$ 。

5. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 B 層之表面粗度 (R_a^B) 為 $0.1 \sim 5 \text{ nm}$ 。

6. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 A 層之表面上的表面突起頻率為 $5 \times 10 \sim 1 \times 10^5$ 個 / mm^2 。

7. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該薄膜 B 層中，為實質上不含有粒子或者含有平均粒徑 $5 \sim 600 \text{ nm}$ 之固體粒子，且薄膜 B 層之表面粗度 (R_a^B) 為 $0.1 \sim 10 \text{ nm}$ 。

8. 如申請專利範圍第 7 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該固體粒子為由周期表 II a 族中選出至少一種金屬的氫氧化物或碳酸鹽所構成之無機粒子。

9. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中長度方向及寬度方向之楊氏模量之和為 $2,000 \sim 4,500 \text{ kg/mm}^2$ 。

10. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中空氣脫出指數為 1 mmHg/hr 以上。

11. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中長度方向之彎曲剛度為 $3.0 \sim 9.5 \text{ mg} \cdot \text{mm}$ 。

12. 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄

六、申請專利範圍

膜層合體，其中長度方向之拉伸斷裂強度為 $38 \sim 100$ kg / m m²。

13. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中任意方向於 150°C 中之熱收縮率為未滿 1 %。

14. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中摩擦係數為 0.6 以下。

15. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 B 層為其中所含有之離子性鹵素之含量為 $50 \text{ ng} / \text{cm}^2$ 以下。

16. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 B 層為其中所含有之有機極性溶劑之含量為 50 ppm 以下。

17. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中總厚為 $0.1 \sim 20 \mu\text{m}$ 。

18. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 A 層及薄膜 B 層之厚度比例為 $1 : 9 \sim 5 : 5$ 。

19. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該芳香族聚醯胺為形成其主鏈之芳香核中，芳香核上之形成主鏈取代基為對位方向性者之比例為全部芳香核之 $50 \sim 99.5\%$ 。

20. 如申請專利範圍第1項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中該芳香族聚醯胺為使用對苯二酸作為酸成

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

分，並以對苯二胺及 3，4'-二胺基二苯醚作為二胺成分所形成。

2 1 . 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 B 層表面形成磁性記錄媒體層作為磁性記錄媒體使用。

2 2 . 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 B 層表面形成塗布型磁性記錄媒體層作為磁性記錄媒體使用。

2 3 . 如申請專利範圍第 1 項所述之芳香族聚醯胺薄膜層合體，其中薄膜 B 層表面形成金屬薄膜型磁性記錄媒體層作為磁性記錄媒體使用。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

公告本

$\frac{1}{1}$

734513

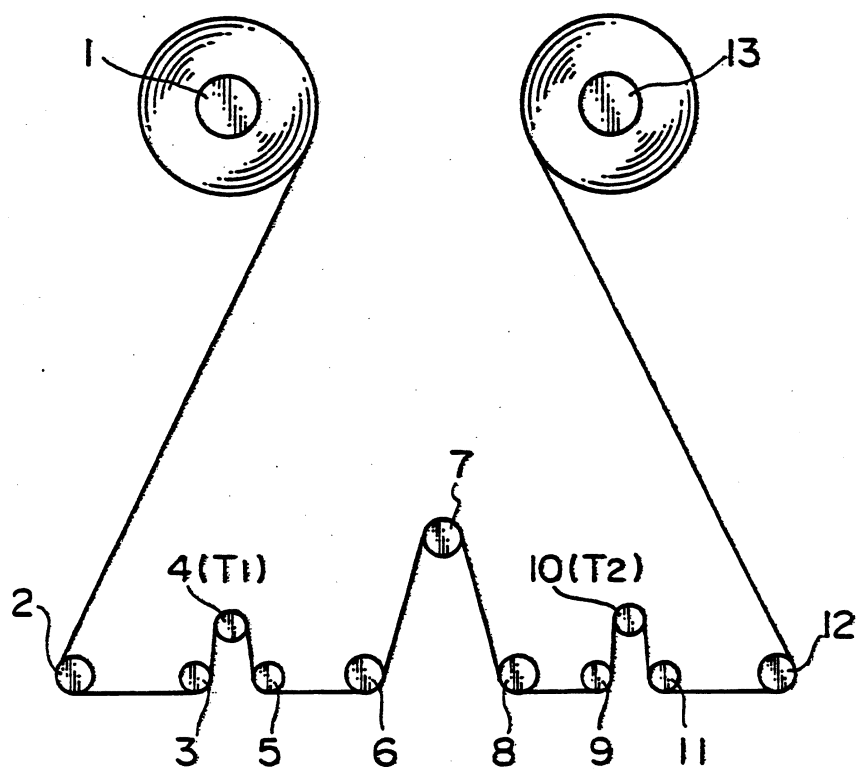


圖 1