

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-14481

(P2005-14481A)

(43) 公開日 平成17年1月20日(2005.1.20)

(51) Int.Cl.⁷**B29C 55/12****B32B 27/36****C08J 5/18****G11B 5/64****G11B 5/73**

F I

B29C 55/12

B32B 27/36

C08J 5/18 C F D

G11B 5/64

G11B 5/73

テーマコード (参考)

4 F O 7 1

4 F 1 O O

4 F 2 1 O

5 D O O 6

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-184335 (P2003-184335)

(22) 出願日 平成15年6月27日 (2003.6.27)

(71) 出願人 301020226

帝人デュポンフィルム株式会社

東京都千代田区内幸町二丁目1番1号

(74) 代理人 100099678

弁理士 三原 秀子

(72) 発明者 室 伸次

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号

帝人デュポンフィルム株式会社相模原研究センター内

(72) 発明者 小菅 雅彦

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号

帝人デュポンフィルム株式会社相模原研究センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二軸配向ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【課題】巻取り性や走行性等に優れ、蒸着加工において、熱変形やクーリングキャンへの貼り付きが生じない、優れた電磁変換特性を有する金属薄膜型磁気記録媒体を得るのに有用な二軸配向ポリエステルフィルムおよびそれを用いた磁気記録媒体の提供。

【解決手段】一方の表面は中心面平均粗さ(W R a A)が5 nm未満でA F Mによる表面平均粗さ(A R a A)が4 nm未満であり、他方の表面は中心面平均粗さ(W R a B)がW R a Aよりも大きくかつ4 ~ 15 nmで、A F Mによる表面平均粗さ(A R a B)がA R a Aよりも大きくかつ3 ~ 11 nmであり、そして静電密着剥離強度が5 . 0 g / c m以下である二軸配向ポリエステルフィルム。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一方の表面は中心面平均粗さ (WRaA) が 5 nm 未満で AFM による表面平均粗さ (ARaA) が 4 nm 未満であり、
他方の表面は中心面平均粗さ (WRaB) が WRaA よりも大きくかつ 4 ~ 15 nm で、
AFM による表面平均粗さ (ARaB) が ARaA よりも大きくかつ
3 ~ 11 nm であり、そして
静電密着剥離強度が 5 . 0 g / cm 以下であることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 2】

組成を異にする少なくとも 2 つのポリエステル層からなる積層フィルムである請求項 1 記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 3】

積層フィルムが不活性粒子を含有しないポリエステル層 A と平均粒径 0 . 01 ~ 1 . 0 μm の不活性粒子を 0 . 01 ~ 1 . 0 重量% 含有するポリエステル層 B とからなる請求項 2 記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 4】

積層フィルムが平均粒径 0 . 05 ~ 0 . 40 μm の不活性粒子を 0 . 01 ~ 0 . 5 重量% 含有するポリエステル層 A と平均粒径 0 . 01 ~ 1 . 0 μm の不活性粒子を 0 . 01 ~ 1 . 0 重量% 含有するポリエステル層 B とからなる請求項 2 記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 5】

他方の表面が、平均粒径 1 ~ 100 nm の不活性粒子とバインダー樹脂からなる塗膜層である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 6】

バインダー樹脂が、水溶性または水分散性のポリエステルまたはアクリル樹脂である請求項 5 記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 7】

金属薄膜型磁気記録媒体のベースフィルムとして用いる請求項 1 に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルムと、その一方の表面に形成された金属薄膜型磁気記録層とからなることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は二軸配向ポリエステルフィルムに関し、更に詳しくは、金属薄膜型磁気記録媒体にするとときに、熱変形が少なく、巻取り性、走行性等に優れ、貼り付きの少ない金属薄膜型磁気記録媒体のベースフィルムとして有用な二軸配向ポリエステルフィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、磁気記録媒体の高密度化の進歩はめざましく、例えば、強磁性金属薄膜を真空蒸着法により非磁性支持体上に形成せしめた金属薄膜型磁気記録媒体の実用化がなされ、金属薄膜型磁気記録媒体の非磁性支持体として各種のポリエステルフィルムが提案されている。具体的には、(1) 不連続皮膜を表面に塗布形成したベースフィルムが、特開昭 60 - 180839 号 (特許文献 1) など、(2) 微細凹凸を有する連続皮膜を表面に塗布形成したベースフィルムが、特開平 5 - 210833 号 (特許文献 2) など、(3) 共押出成形により表裏の表面状態を相違させたベースフィルムが特開平 2 - 214657 号 (特許文献 3) など、またこれら (1) または (2) と (3) とを組合せたベースフィルムが特開平 3 - 73409 号 (特許文献 4) など提案されている。

10

20

30

40

50

【0003】

上記(1)～(3)および上記(1)または(2)と(3)とを組合せたベースフィルムは、磁性層が形成される側の表面を平坦化しつつ、反対側の表面を粗くすることで、フィルム間、フィルム間の滑り性やブロッキングを抑えることができる。

【0004】

ところで、ベースフィルムの磁性層側表面を粗くすることにより、真空蒸着によって強磁性金属薄膜が形成される際にベースフィルムが熱変形することが大きな問題となってきた。具体的にはコバルトなどの合金からなる強磁性金属薄膜を形成する際に、真空蒸着の熱により、ベースフィルムが変形を起こし、表面状態が悪化するという問題である。この対策として、近年、ベースフィルムの磁性層側表面だけでなくベースフィルムの磁性層をしない側の表面(以下、走行面側表面と称することがある。)もできるだけ平坦にして、真空蒸着の際のクーリングキャンとの密着性を向上させることが要求されてきた。

10

【0005】

しかしながら、ベースフィルムの走行面を平坦化すると、上述の通り、巻取性や走行性が悪化し、さらに、ベースフィルムが真空蒸着の際にクーリングキャンに密着して、クーリングキャンに貼り付き、切断などの工程異常を惹起するという問題が生じる。

【0006】

【特許文献1】

特開昭60-180839号公報

【特許文献2】

特開平5-210833号公報

【特許文献3】

特開平2-214657号公報

【特許文献4】

特開平3-73409号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、巻取り性や走行性等に優れ、蒸着加工において、熱変形やクーリングキャンへの貼り付きが生じない、優れた電磁変換特性を有する金属薄膜型磁気記録媒体を得るのに有用な二軸配向ポリエステルフィルムおよびそれを用いた磁気記録媒体を提供することにある。

30

【0008】

【課題を解決するための手段】

かくして本発明の目的は、本発明によれば、一方の表面は中心面平均粗さ(WRaA)が5nm未満でAFMによる表面平均粗さ(ARaA)が4nm未満であり、他方の表面は中心面平均粗さ(WRaB)がWRaAよりも大きくかつ4～15nmで、AFMによる表面平均粗さ(ARaB)がARaAよりも大きくかつ3～11nmであり、そして静電密着剥離強度が2.6g/cm以下である二軸配向ポリエステルフィルムによって達成される。

40

【0009】

また、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、その好ましい態様として、組成を異にする少なくとも2つのポリエステル層からなる積層フィルムであること、積層フィルムが不活性粒子を含有しないポリエステル層Aと平均粒径0.01～1.0μmの不活性粒子を0.01～1.0重量%含有するポリエステル層Bとからなること、積層フィルムが平均粒径0.05～0.40μmの不活性粒子を0.01～0.5重量%含有するポリエステル層Aと平均粒径0.01～1.0μmの不活性粒子を0.01～1.0重量%含有するポリエステル層Bとからなること、他方の表面が、平均粒径1～100nmの不活性粒子とバインダー樹脂からなる塗膜層Bであること、バインダー樹脂が、水溶性または水分散性のポリエステルまたはアクリル樹脂であることおよび金属薄膜型磁気記録媒体のベー

50

スフィルムとして用いることのいずれかを具備する二軸配向ポリエステルフィルムも提供される。

【0010】

さらにまた、本発明によれば、上述の本発明の二軸配向ポリエステルフィルムと、その一方の表面に形成された金属薄膜型磁気記録層とからなる磁気記録媒体も提供される。

【0011】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの一方の表面（以下、平坦面と称することがある。）の中心面平均粗さ（ $W R a A$ ）は5 nm未満であり、また平坦面のAFMによる表面平均粗さ（ $A R a A$ ）は4 nm未満である。好ましい $W R a A$ は、0.1～4.0 nm、さらに0.3～3.0 nmである。平坦面の中心面平均粗さ（ $W R a$ ）が上限を超えると、電磁変換特性の乏しい金属薄膜型磁気記録媒体しか得られない。一方、 $W R a A$ の下限は、特に制限されないが、巻取性や走行性に優れることから0.1 nm以上、さらには0.3 nm以上であることが好ましい。また、好ましい $A R a A$ は、0.2～3.0 nm、さらに0.4～2.5 nmである。 $A R a A$ が上限を超えると、電磁変換特性の乏しい金属薄膜型磁気記録媒体しか得られない。一方、 $A R a A$ の下限は、特に制限されないが、巻取性や走行性に優れることから0.1 nm以上、さらに0.4 nm以上であることが好ましい。なお、ここでいう $A R a A$ とは、 $W R a$ が頻度の少ない大きな突起による影響を反映した粗さであるのに対し、頻度の少ない大きな突起による影響を取り除いた、すなわち、頻度の少ない大きな突起の間にある地肌の表面粗さを表したものである。

【0012】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの他方の表面（以下、走行面と称することがある。）の中心面平均粗さ（ $W R a B$ ）は $W R a A$ よりも大きくかつ4～15 nmであり、走行面のAFMによる表面平均粗さ（ $A R a B$ ）が3～11 nmである。好ましい $W R a B$ は4.5～12 nmで、さらに5～10 nmである。また、好ましい $A R a B$ は3.5～10 nm、さらに3.5～9 nmである。

【0013】

$W R a B$ が上限を超えると、ロール状態で保管されている間の走行面側の突起による転写や突き上げによって平坦面の平坦性が低下したり、蒸着工程での熱変形によって電磁変換特性の乏しい金属薄膜型磁気記録媒体しか得られない。一方、 $W R a B$ が $W R a A$ よりも小さかったり、下限を下回ったりすると、巻取性や走行性が損なわれる。また、 $A R a B$ が上限を超えると、ロール状態で保管されている間の走行面側の突起による転写や突き上げによって平坦面の平坦性が低下したり、蒸着工程での熱変形によって電磁変換特性の乏しい金属薄膜型磁気記録媒体しか得られない。一方、 $A R a B$ が $A R a A$ よりも小さかったり、下限を下回ったりすると、蒸着工程でクーリングキャンに貼り付いてしまい、切断などの工程異常が多発する。

【0014】

また、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの走行面は、静電密着剥離強度が5.0 g/cm以下である。ここでいう静電密着剥離強度とは、二軸配向ポリエステルフィルムを、2枚の中心面平均粗さ（ $W R a$ ）が10 nmのクロームメッキを施したSUS製電極基板で挟み、それらの基盤を電極として、直流1.5 KVの電圧を30秒間印加して密着させる。その後、平坦面側と接触している基板を取り去り、電極基板に走行面が貼り付いている二軸配向ポリエステルフィルムを、電極基板に垂直な方向に1 mm/秒の速度で剥離させ、その時の剥離力を測定して、1 cm幅あたりの剥離強度とした値である。好ましい静電密着剥離強度は、4.9 g/cm以下、さらに4.6 g/cm以下である。静電密着剥離強度の下限は特に制限されない。静電密着剥離強度が上限を超えると、蒸着工程でクーリングキャンに貼り付いてしまい、切断などの工程異常が多発する。下限は2.5 g/cm以上、3.5 g/cm以上が好ましい。

【0015】

このような正殿密着剥離強度の小さいフィルムは、走行性や巻き取り性を高度に高める頻度の少ない大きな突起の間に、小さな突起を多数配置したりすることによって得られる。さらに具体的に、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムについて説明する。

【0016】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、上記表面特性を有するフィルムであれば、単層でも、2層以上の積層フィルムであっても良い。好ましくは平坦面と走行面の表面特性を調整しやすいことから、組成を異にする少なくとも2つのポリエステル層からなる積層フィルムである。

【0017】

積層フィルムの場合、平坦面側に位置するポリエステル層は、より平坦面の平坦性を高められることから不活性粒子を含有しないことが好ましい。ここでいう不活性粒子を含有しないとは、積極的に触媒残渣を析出させたり、不活性粒子を添加したりしていないことを意味し、具体的には、粒径 $0.05\mu\text{m}$ 以上、特に $0.01\mu\text{m}$ 以上の不活性粒子の含有量が、ポリエステル層の重量を基準として、高々 0.001 重量%であることが好ましい。また、平坦面側に位置するポリエステル層は、実用に必要な平坦性を維持しつつ、巻き取り性や走行性を高められることから、平均粒径 $0.01\sim 0.40\mu\text{m}$ の不活性粒子を $0.01\sim 0.5$ 重量%含有することが好ましい。好ましい不活性粒子の平均粒径は $0.01\sim 0.30\mu\text{m}$ 、さらに $0.01\sim 0.25\mu\text{m}$ である。また、好ましい不活性粒子の含有量は、 $0.05\sim 0.40$ 重量%、さらに $0.07\sim 0.35$ 重量%である。不活性粒子の平均粒径や含有量が下限を下回ると、得られる巻き取り性や走行性の向上効果がとぼしい。一方、不活性粒子の平均粒径や含有量が上限を超えると、得られる磁気記録媒体の電磁変換特性が低下することがある。

【0018】

また、積層フィルムの場合、平坦面側の反対側、すなわち走行面側に位置するポリエステル層は、実用に必要な平坦性を維持しつつ、巻き取り性や走行性を高められることから、平均粒径 $0.01\sim 1.0\mu\text{m}$ の不活性粒子を $0.01\sim 1.0$ 重量%含有することが好ましい。好ましい不活性粒子の平均粒径は $0.02\sim 0.7\mu\text{m}$ 、さらに $0.03\sim 0.5\mu\text{m}$ である。また、好ましい不活性粒子の含有量は、 $0.03\sim 0.6$ 重量%、さらに $0.05\sim 0.4$ 重量%である。不活性粒子の平均粒径や含有量が下限を下回ると、得られる巻き取り性や走行性の向上効果がとぼしい。一方、不活性粒子の平均粒径や含有量が上限を超えると、得られる磁気記録媒体の電磁変換特性が低下することがある。

【0019】

また、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、平坦面側の反対側、すなわち走行面側に、実用に必要な平坦性を維持しつつ、巻き取り性や走行性を高められることから、平均粒径 $1\sim 100\text{nm}$ の不活性粒子とバインダー樹脂からなる塗膜層が設けられていることが好ましい。

【0020】

前記塗膜層は、不活性粒子を含有する必要があるが、該不活性粒子の平均粒径は $3\sim 75\text{nm}$ 、さらに $5\sim 50\text{nm}$ であることが好ましい。含有量は、塗膜層Bの重量を基準として、 $1\sim 30$ 重量%、さらに $2\sim 20$ 重量%が好ましい。

【0021】

該塗膜層B中の不活性粒子の平均粒径が上限を超える場合、得られる磁気記録媒体の電磁変換特性が低下したり熱負けが生じたりし、一方、該不活性粒子の平均粒径が下限未満の場合、A R a Bが下限未満となりやすく、クーリングキャンに貼り付きやすくなる。。また、該不活性粒子の含有量が上限を超える場合、蒸着工程等での冷却キャンとの密着性が低下してしまい、蒸着時のフィルム変形が生じてしまうことがある。一方、該不活性粒子の含有量が下限未満の場合は、A R a Bが下限未満となりやすく、クーリングキャンに貼り付きやすくなる。

【0022】

前記塗膜層Bを形成する樹脂としては、例えば水性ポリエステル樹脂、水性アクリル樹脂

、水性ポリウレタン樹脂などが好ましく挙げられ、特に水性ポリエステル樹脂が好ましい。

【0023】

この水性ポリエステル樹脂としては、酸成分が、例えばイソフタル酸、フタル酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸、コハク酸、5-スルホイソフタル酸ナトリウム、2-スルホテレフタル酸カリウム、トリメリット酸、トリメシン酸、トリメリット酸モノカリウム塩、p-ヒドロキシ安息香酸などの多価カルボン酸の1種以上よりなり、グリコール成分が、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、p-キシリレングリコール、ジメチロールプロパン、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物などの多価ヒドロキシ化合物の1種以上より主としてなるポリエステル樹脂が好ましく用いられる。また、ポリエステル鎖にアクリル重合体鎖を結合させたグラフトポリマーまたはブロックコポリマー、あるいは2種のポリマーがミクロな粒子内で特定の物理的構成（IPN（相互侵入高分子網目）型、コアシェル型など）を形成したアクリル変性ポリエステル樹脂であってもよい。この水性ポリエステル樹脂としては、水に溶解、乳化、微分散するタイプを自由に用いることができるが、水に乳化、微分散するタイプのものが好ましい。また、これらは親水性を付与するため、分子内に例えばスルホン酸塩基、カルボン酸塩基、ポリエーテル単位などが導入されていてもよい。

10

20

【0024】

前記塗膜層に含有される不活性粒子としては、特に限定されないが、塗液中で沈降しにくい、比較的 low 比重のものが好ましい。例えば、架橋シリコーン樹脂、アクリル樹脂、ポリスチレン、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂、芳香族ポリアミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、架橋ポリエステル、全芳香族ポリエステルなどの有機粒子、二酸化ケイ素（シリカ）、炭酸カルシウムなどからなる粒子が好ましく挙げられる。なかでも、架橋シリコーン樹脂粒子、アクリル樹脂粒子、シリカ粒子、コアシェル型有機粒子（コア：架橋ポリスチレン、シェル：ポリメチルメタクリレートの粒子など）が特に好ましく挙げられる。

【0025】

前記塗膜層中の不活性粒子の形状は、後述の体積形状係数（ f ）が0.1～ $\frac{1}{6}$ 、さらに0.2～ $\frac{1}{6}$ 、特に0.4～ $\frac{1}{6}$ が好ましい。体積形状係数（ f ）が $\frac{1}{6}$ である粒子の形状は、球（真球）である。すなわち、体積形状係数（ f ）が0.4～ $\frac{1}{6}$ のものは、実質的に球ないしは真球、ラグビーボールのような楕円球を含むものであり、不活性粒子Dとして好ましい。体積形状係数（ f ）が0.1未満の粒子、例えば薄片状の粒子では、走行耐久性が低下してしまうので好ましくない。

30

【0026】

また、前記塗膜層には、セルロース化合物が1～30重量%含有されていることが好ましい。このセルロース化合物が塗膜層にこの範囲で含有されることが好ましい。

【0027】

該塗膜層に含有されるセルロース化合物は、特に限定されず、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が例示でき、特にメチルセルロースが好ましい。

40

【0028】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの全厚みは、2 μm 以上8 μm 未満、さらに2.5～7.5 μm であることが好ましい。二軸配向ポリエステルフィルムが2つの層を積層した積層フィルムの場合、平坦面側のポリエステル層とその反対側のポリエステル層の厚み構成は、好ましくは後者の厚みが積層フィルムの全厚みの $\frac{1}{50}$ ～ $\frac{1}{2}$ 、さらに好ましくは $\frac{1}{30}$ ～ $\frac{1}{3}$ 、特に好ましくは $\frac{1}{20}$ ～ $\frac{1}{4}$ である。塗膜層Bの厚みは、通常1～100 nm、好ましくは2～50 nm、さらに好ましくは3～10 nm、特に好ましくは3～8 nmである。

50

【0029】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、従来から知られている、または当業界に蓄積されている方法に準じて製造することができる。そのうち、二軸配向ポリエステルフィルムが積層フィルムである場合は、2つのポリエステル層の積層構造は、共押出し法により製造するのが好ましく、塗膜層の積層は塗布法により行うのが好ましい。

【0030】

例えば、積層二軸配向ポリエステルフィルムの場合、押出し口金内または口金以前（一般に、前者はマルチマニホールド方式、後者はフィードブロック方式と呼ぶ）で、平坦面側を形成するポリエステルと、その反対側を形成するポリエステルAとを、それぞれさらに高精度ろ過したのち、熔融状態にて積層複合し、上記好適な厚み比の積層構造となし、次いで口金より融点（ T_m ）～（ $T_m + 70$ ）の温度でフィルム状に共押出ししたのち、 $40 \sim 90$ の冷却ロールで急冷固化し、未延伸積層フィルムを得る。その後、上記未延伸積層フィルムを常法に従い、一軸方向（縦方向または横方向）に（ $T_g - 10$ ）～（ $T_g + 70$ ）の温度（ただし、 T_g ：ポリエステルのガラス転移温度）で2.5～8.0倍の倍率で、好ましくは3.0～7.5倍の倍率で延伸し、次いで上記延伸方向とは直角方向（一段目延伸が縦方向の場合には、二段目延伸は横方向となる）に（ T_g ）～（ $T_g + 70$ ）の温度で2.5～8.0倍の倍率で、好ましくは3.0～7.5倍の倍率で延伸する。さらに、必要に応じて、縦方向および/または横方向に再度延伸してもよい。すなわち、2段、3段、4段あるいは多段の延伸を行うとよい。全延伸倍率としては、通常9倍以上、好ましくは10～35倍、さらに好ましくは12～30倍である。

【0031】

さらに、前記二軸配向フィルムは（ $T_g + 70$ ）～（ $T_m - 10$ ）の温度、例えば、ポリエチレンテレフタレートフィルムの場合、 $180 \sim 250$ で熱固定結晶化することによって、優れた寸法安定性が付与される。その際、熱固定時間は1～60秒が好ましい。

【0032】

なお、積層ポリエステルフィルムの製造に際し、ポリエステルに所望により不活性粒子以外の添加剤、例えば安定剤、着色剤、溶融ポリマーの固有抵抗調整剤などを添加含有させることができる。

【0033】

また、塗膜層の積層は、水性塗液を塗布する方法で行うのが好ましい。塗布は、最終延伸処理を施す以前の走行面側表面に塗膜層の塗液を塗布し、塗布後にフィルムを少なくとも一軸方向に延伸するのが好ましい。この際、平坦面側にも塗膜層を設けても良い。この延伸の前ないし途中で塗膜層は乾燥される。その中で、塗布は、未延伸積層フィルムまたは縦（一軸）延伸積層フィルム、特に縦（一軸）延伸積層フィルムに行うのが好ましい。塗布方法としては特に限定されないが、例えば、ロールコート法、ダイコート法などが挙げられる。

【0034】

前記塗液、特に水性塗液の固形分濃度は、0.2～8重量%、さらに0.3～6重量%、特に0.5～4重量%であることが好ましい。そして、水性塗液には、本発明の効果を妨げない範囲で、他の成分、例えば他の界面活性剤、安定剤、分散剤、紫外線吸収剤、増粘剤などを添加することができる。なお、二軸配向ポリエステルフィルムの平坦面側にも、塗膜層と同一または含有する不活性粒子の平均粒径や含有量が少ない塗膜層を設けても良い。

【0035】

本発明においては、磁気記録媒体としてのヘッドタッチ、走行耐久性をはじめとする各種性能を向上させ、同時に薄膜化を達成するには、積層フィルムのヤング率を、縦方向および横方向でそれぞれ、通常 4500 N/mm^2 以上および 6000 N/mm^2 以上、好ましくは 4800 N/mm^2 以上および 6800 N/mm^2 以上、さらに好ましくは 5500 N/mm^2 以上および 8000 N/mm^2 以上、特に好ましくは 5500 N/mm^2 以上および $10,000 \text{ N/mm}^2$ 以上とする。

10

20

30

40

50

【0036】

また、ポリエステル結晶化度は、ポリエステルがポリエチレンテレフタレートの場合は30～50%、ポリエチレン-2,6-ナフタレートの場合は28～38%であることが望ましい。いずれも下限を下回ると、熱収縮率が大きくなるし、一方上限を上回るとフィルムの耐摩耗性が悪化し、ロールやガイドピン表面と摺動した場合に白粉が生じやすくなる。

【0037】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、一方の表面、すなわち、平坦面側の表面に、真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング等の方法により、鉄、コバルト、クロムまたはこれらを主成分とする合金もしくは酸化物より成る強磁性金属薄膜層を形成し、またその表面に、目的や用途などの必要に応じてダイヤモンドライクカーボン(DLC)等の保護層やフッ素カルボン酸系潤滑層を順次設け、更に層B側の表面に公知のバックコート層を設けることにより、特に短波長領域の出力、S/N、C/N等の電磁変換特性に優れ、ドロップアウト、エラーレートの少ない高密度記録用蒸着型磁気記録媒体とすることができる。この蒸着型磁気記録媒体は、アナログ信号記録用Hi8、デジタル信号記録用デジタルビデオカセットレコーダ(DVC)、データ8ミリ、マンモス、AIT用テープ媒体として極めて有用である。

10

【0038】

また、本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、平坦面側表面に、鉄または鉄を主成分とする針状微細磁性粉を塩化ビニル、塩化ビニル・酢酸ビニル共重合体等のバインダーに均一分散し、磁性層厚みが1μm以下、好ましくは0.1～1μmとなるように塗布し、更に層B側の表面に公知の方法でバックコート層を設けることにより、特に短波長領域での出力、S/N、C/N等の電磁変換特性に優れ、ドロップアウト、エラーレートの少ない高密度記録用メタル塗布型磁気記録媒体とすることもできる。また、必要に応じて層A側の表面に、該メタル粉含有磁性層の下地層として微細な酸化チタン粒子等を含有する非磁性層を磁性層と同様の有機バインダー中に分散、塗設することもできる。このメタル塗布型磁気記録媒体は、アナログ信号記録用8ミリビデオ、Hi8、カムSP、W-VHS、データ8ミリ、DDSI V、デジタルカム、D2、D3、SX、LTO、DLT等用テープ媒体として極めて有用である。

20

【0039】

30

【実施例】

次に実施例をあげて本発明を更に説明する。なお、本発明における種々の物性値及び特性は以下の如く測定したものであり、かつ定義される。

(1) フィルム厚み

フィルムを層間の空気を排除しながら10枚重ね、打点式電子マイクロメータで厚みを測定し、1枚当りのフィルム厚みを計算した。

【0040】

(2) 固有粘度

ポリエステルの固有粘度(IV:dl/g)は、25のo-クロロフェノール溶液で測定する。

40

【0041】

(3) 粒子の平均粒径

セントリフュグルパーティクルサイズアナライザー(島津製作所製:CP50型)を用いて測定する。得られる遠心沈降曲線を基に算出した各粒径の粒子とその存在量との積算曲線から、50マスパーセントに相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とする。

【0042】

(4) 粒子の含有量

ポリエステルまたはバインダー樹脂は溶解し、粒子は溶解させない溶媒を選択し、粒子をポリエステルから遠心分離し、粒子の全体重量に対する比率(重量%)をもって粒子含有

50

量とする。場合によっては赤外分光法の併用も有効である。

【 0 0 4 3 】

(5) 中心面平均粗さ (W R a)

非接触三次元粗さ計 (W Y K O 製 : N T - 2 0 0 0) を用いて、測定倍率 2 5 倍、測定面積 $246.6 \mu\text{m} \times 187.5 \mu\text{m}$ (0.0462mm^2) の条件にて、測定数 (n) 10 以上でフィルム表面の粗さ測定を行う。そして、この粗さ計に内蔵された表面解析ソフトにより、次式で示す計算処理をして、表面の中心面平均粗さ (W R a) を求める。なお、次式で Z_{jk} は、測定方向 ($246.6 \mu\text{m}$) とそれに直行する方向 ($187.5 \mu\text{m}$) を、それぞれ M 分割と N 分割したときの各方向の j 番目と k 番目の位置における 2 次元粗さ上の高さである。

【 0 0 4 4 】

【 数 1 】

$$WRa = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N | Z_{jk} - \bar{Z} | / (M \cdot N)$$

ここで

$$\bar{Z} = \sum_{k=1}^M \sum_{j=1}^N Z_{jk} / (M \cdot N)$$

10

20

【 0 0 4 5 】

(6) A F M による平均表面粗さ (A R a)

D i g i t a l I n s t r u m e n t s 社製の原子間力顕微鏡 N a n o S c o p e I I I、A F M の J スキャナーを使用し、以下の条件で 10 ケ所測定し、内蔵ソフトにより A R a (二乗平均粗さ) を求める。なお、測定範囲は A R a A が $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 、A R a B が $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ で行った

深針 : 単結晶シリコンナイトライド

走査モード : タッピングモード

面素数 : 256×256 データポイント

スキャン速度 : 2 . 0 H z

測定環境 : 室温、大気中

30

【 0 0 4 6 】

(7) 静電密着剥離強度

フィルムを、中心面平均粗さ (W R a) が 10nm のクロームメッキを施した S U S 製電極基板と、もう一方の電極で挟み、直流 1 . 5 K V の電圧を 30 秒間印加して密着させる。その後、片側の電極を取り去り、電極基板に密着したフィルム面と垂直な方向に 1mm / 秒の速度でフィルムを剥離させ、その時の剥離力を測定して、 1cm 幅あたりの剥離強度とする。

【 0 0 4 7 】

(8) 磁気テープの製造及び特性評価

二軸配向ポリエステルフィルムの平坦面側表面に、真空蒸着によりコバルト - 酸素薄膜を 110nm の厚みで形成し、次にコバルト - 酸素薄膜層上に、スパッタリング法によりダイヤモンド状カーボン 10nm の厚みで形成させ、更に含フッ素カルボン酸系潤滑剤を順次設ける。続いて、コバルト - 酸素薄膜を形成したのとは反対側の表面に、カーボンブラック、ポリウレタン、シリコンからなるバックコート層を厚みが 500nm となるように設け、スリッターにより幅 8mm 及び 6.35mm にスリットし、市販のリールに巻き取り、磁気テープを作成した。市販の H i 8 方式 8mm ビデオテープレコーダーを用いてビデオ S / N 比を、市販のカメラ一体型デジタルビデオテープレコーダーを用いてドロップアウト (D O) 個数を求める。

40

【 0 0 4 8 】

50

D O 個数の測定は、作成した 6 . 3 5 m m テープを市販のカメラ一体型デジタルビデオテープレコーダーで録画後、1 分間の再生をして画面に現れたブロック状のモザイクの個数をカウントし、下記の基準で判定した。モザイクは少ないほど好ましい。

： 3 0 個以下

： 5 0 個以下

×： 5 1 個以上

【 0 0 4 9 】

C / N は、市販の H i 8 用 V T R (S O N Y 株式会社製、E V - B S 3 0 0 0) を用いて、7 M H z ± 1 M H z の C / N の測定を行った。この C / N を市販の H i 8 用ビデオテープ (S O N Y 株式会社製、蒸着型テープ E 6 - 1 2 0 H M E 4) と比較して、下記の基準で評価した。C / N は値が増えるほど好ましい。

：市販品に対して + 3 d B 以上

：市販品に対して + 1 ~ + 3 d B 未満

：市販品と同じか + 1 d B 未満

×：市販品未満

【 0 0 5 0 】

[実施例 1]

固有粘度 (オルトクロロフェノール、3 5) 0 . 6 0 のポリエステル A 用のポリエチレンテレフタレート (樹脂 A 1) を得た。

【 0 0 5 1 】

さらに、平均粒径 0 . 3 μ m のシリコン粒子 (不活性粒子 B 1) および平均粒径 0 . 1 μ m の 型アルミナ (不活性粒子 B 2) を、樹脂中にそれぞれ 0 . 0 5 % および 1 . 5 % 添加した固有粘度 (オルトクロロフェノール、3 5) 0 . 7 0 のポリエチレンテレフタレート (樹脂 B 1) を得た。

【 0 0 5 2 】

得られた樹脂 A 1、樹脂 B 1 を、それぞれ 1 7 0 で 3 時間乾燥後、2 台の押し出し機に供給し、熔融温度 2 8 0 ~ 3 0 0 にて熔融し、平均目開き 1 1 μ m の鋼線フィルターで高精度ろ過したのち、マルチマニホールド型共押し出しダイを用いて、ポリエステル層 A の片面にポリエステル層 B を積層させ、急冷して厚さ 9 3 μ m の未延伸積層ポリエステルフィルムを得た。

【 0 0 5 3 】

得られた未延伸フィルムを予熱し、さらに低速・高速のロール間でフィルム温度 1 0 0 にて 3 . 3 倍に延伸し、急冷して縦延伸フィルムを得た。次いで縦延伸フィルムの A 層側に下記に示す組成 (固形分換算) の水性塗液 (全固形分濃度 1 . 0 %) をキスコート法により塗布した。

【 0 0 5 4 】

コート層 C (塗膜層 C) 用塗液の固形分組成

バインダー：アクリル変性ポリエステル (高松油脂株式会社製、I N - 1 7 0 - 6) 6 0 %

不活性粒子 C：アクリルフィラー (平均粒径 2 0 n m、日本触媒株式会社製、エポスター) 7 %

界面活性剤 X：(日本油脂株式会社製、ノニオン N S - 2 0 8 . 5) 3 %

界面活性剤 Y：(日本油脂株式会社製、ノニオン N S - 2 4 0) 3 0 %

C 層厚み (乾燥後)：8 n m

続いて B 層側に下記に示す組成 (固形分換算) の水性塗液 (全固形分濃度 1 . 0 %) をキスコート法により塗布した。

【 0 0 5 5 】

コート層 D (塗膜層 D) 用塗液の固形分組成

バインダー：アクリル変性ポリエステル (高松油脂株式会社製、I N - 1 7 0 - 6) 4 5 %

10

20

30

40

50

不活性粒子D：アクリルフィラー（平均粒径30nm、日本触媒株式会社製、エポスター） 7%

界面活性剤X：（日本油脂株式会社製、ノニオンNS-208.5） 3%

界面活性剤Y：（日本油脂株式会社製、ノニオンNS-240） 30%

メチルセルロース：（信越化学（株）製、メトロースSM15） 15%

D層厚み（乾燥後）：7nm

続いてステンターに供給し、110にて横方向に4.2倍に延伸した。得られた二軸延伸フィルムを、220の熱風で4秒間熱固定し、全厚み6.7μmで、ポリエステル層Bの厚み1.0μmの積層二軸配向ポリエステルフィルムを得た。このフィルムのポリエステル層A、Bの厚みについては、2台の押し出し機の吐出量により調整した。このフィルムのコート層C側の表面に存在する不活性粒子Cの突起頻度は10個/μm²、コート層D側の表面に存在する不活性粒子Dの突起頻度は10個/μm²、層B表面に存在する不活性粒子B1の突起頻度は3×10⁵個/mm²、不活性粒子B2の突起頻度は5×10³個/mm²であった。また、このフィルムのヤング率は縦方向5000N/mm²、横方向7000N/mm²であった。この積層フィルムのその他の特性およびこのフィルムを用いた強磁性薄膜蒸着型磁気テープの特性を表1に示す。

10

【0056】

[実施例2~4]

実施例1の樹脂B1（99.7%）に、炭素数が8個以上の脂肪族モノカルボン酸および多価アルコールからなる（部分ケン化）エステルワックスとしてソルビタントリステアレート（融点55）の粉末0.15%をまぶし、ベント付き二軸ルーダーにて練り込み、固有粘度（オルトクロロフェノール、35）0.69のポリエステル層B用のポリエチレンテレフタレート（樹脂B2）を得た。この樹脂B2を樹脂B1の代わりに用いたこと、およびポリエステル層Bに含有させる不活性粒子B1およびB2の種類、平均粒径および含有量、コート層に含有させる不活性粒子の種類、平均粒径および含有量を表1に示すとおり変更した以外は、実施例1と同様な操作を繰り返した。得られた積層ポリエステルフィルムの特性、およびそのフィルムを用いた強磁性薄膜蒸着型磁気テープの特性を表1に示す。

20

【0057】

[実施例5]

樹脂A1に表1に示すとおり不活性粒子を含有させ、塗膜層に含有させる不活性粒子の平均粒径および含有量を表1に示すとおり変更し、かつコートD層にワックスを含有させなかった以外は、実施例1と同様な操作を繰り返した。得られた積層ポリエステルフィルムの特性、およびそのフィルムを用いた強磁性薄膜蒸着型磁気テープの特性を表1に示す。

30

【0058】

[実施例6]

ポリエステル層Aおよびポリエステル層Bを構成するポリエステルの、それぞれポリエチレン-2,6-ナフタレート（PEN）（樹脂A2、B2）にする以外は実施例1と同様にした。固有粘度（オルトクロロフェノール、35）は樹脂A2は0.60、樹脂B2は0.67であった。

40

【0059】

この樹脂A2、B2を、それぞれ170で6時間乾燥後、実施例1と同様にして、各層厚みを調整し、厚さ93μmの未延伸積層熱可塑性樹脂フィルムを得た。

【0060】

得られた未延伸フィルムを予熱し、さらに低速・高速のロール間でフィルム温度135にて3.6倍に延伸し、急冷して縦延伸フィルムを得た。次いで縦延伸フィルムのA層側に、実施例1と同組成の水性塗液（全固形分濃度1.0%）を、B層側にも実施例1と同組成の水性塗液（全固形成分濃度1.0%）を実施例1と同様に塗布した。

【0061】

続いてステンターに供給し、155にて横方向に5.7倍に延伸した。得られた二軸延

50

伸フィルムを、200 の熱風で4秒間熱固定し、全厚み4.6 μm 、熱可塑性樹脂層Bの厚み0.6 μm の積層二軸配向ポリエステルフィルムを得た。このフィルムの熱可塑性樹脂層A、Bの厚みについては、2台の押し出し機の吐出量により調整した。このフィルムのヤング率は縦方向5500 N/mm^2 、横方向10,500 N/mm^2 であった。この積層フィルムのその他の特性、およびこのフィルムを用いた強磁性薄膜蒸着型磁気テープの特性を表1に示す。

【0062】

[比較例1および2]

ポリエステル層Bに含有させる不活性粒子B1およびB2の種類、平均粒径、破壊強度、層B表面上の突起頻度およびコート層Cに含有させる不活性粒子Cの種類、平均粒径、破壊強度、層C表面上の突起頻度、コート層Dに含有させる不活性粒子Dの平均粒径、破壊強度およびセルロースの含有量を表1に示すとおり変更した以外は、実施例2と同様にし、積層ポリエステルフィルムを得た。得られたフィルムは、フィルム表面の平坦性の均質性が損なわれてしまい、磁気テープにした際、十分な電磁変換特性を得ることができなかった。その他の特性、およびこのフィルムを用いた強磁性薄膜蒸着型磁気テープの特性を表1に示す。

【0063】

【表1】

平坦面側塗膜層		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 1	比較例 2
粒子 C	種類	—							
	平均粒径	アクリル 20	アクリル 20	アクリル 20	アクリル 10	アクリル 20	アクリル 20	アクリル 20	アクリル 20
	含有量	10	10	10	15	10	10	0.2	35
ポリエステル層 A									
樹脂 粒子 A	種類	PET	PET	PET	PET	PET	PEN	PET	PET
	平均粒径	—	—	—	—	シリカ	—	無し	無し
	含有量	—	—	—	—	0.1 0.02	—	—	—
ポリエステル層 B									
樹脂 粒子 B 1	種類	PET	PET	PET	PET	PET	PEN	PET	PET
	平均粒径	—	0.15	0.15	0.15	—	—	0.15	0.15
	含有量	—	—	—	—	—	—	—	—
粒子 B 2	種類	アクリル 0.1	シリカ 0.2	アクリル 0.1	アクリル 0.1	アクリル 0.1	アクリル 0.1	—	シリカ 0.3
	平均粒径	0.15	0.30	0.15	0.15	0.15	0.15	—	0.15
	含有量	—	—	—	—	—	—	—	—
走行面側塗膜層									
粒子 D	種類	アクリル 30	アクリル 30	アクリル 30	アクリル 30	アクリル 35	アクリル 30	—	アクリル 30
	平均粒径	10	10	10	10	22	10	—	35
	含有量	15	15	15	15	なし	15	0.2	15
フィルム特性									
WRaA	種類	0.8	0.8	0.8	0.9	1.6	0.8	0.8	1.4
	ARaA	1.0	1.0	1.0	1.0	1.5	1.0	0.9	3.9
	WRaB	5.2	8.2	6.3	5.2	7.9	5.1	2.9	18.6
	ARaB	8.2	8.9	8.2	8.1	9.0	8.2	2.0	12.0
静電密度剥離強度		4.4	4.0	4.2	4.1	4.5	4.5	8.4	4.2
テープ特性									
C/N	種類	—	—	—	—	—	—	—	—
	D.O.	—	—	—	—	—	—	—	—

10

20

30

40

【 0 0 6 4 】

【 発 明 の 効 果 】

本発明によれば、金属薄膜型磁気記録媒体にするとときに、熱変形が少なく、巻取り性、走行性等に優れ、貼り付きの少ない金属薄膜型磁気記録媒体のベースフィルムとして有用な二軸配向ポリエステルフィルムを提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
// B 2 9 K 67:00	B 2 9 K 67:00	
C 0 8 L 67:00	C 0 8 L 67:00	

(72)発明者 東條 光峰

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人デュポンフィルム株式会社相模原研究センター内

(72)発明者 石田 剛

神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人デュポンフィルム株式会社相模原研究センター内

Fターム(参考) 4F071 AA31 AA44 AA46 AA67 AB18 AB26 AE11 AF19Y AF20 AF27Y
 AF28 AH14 BA01 BB06 BB08 BC01
 4F100 AA19 AA20 AK25B AK41A AK41B AK42 BA02 BA07 DE01B EH46B
 EJ38A EJ38B GB41 JB09B JK06A JK06B JK14A JK14B YY00A YY00B
 4F210 AA24 AB17 AF16 AG01 AG03 AH38 QA02 QA03 QC06 QD08
 QG01 QG15 QG18 QW07
 5D006 BB01 CB01 CB05 CB07 CB08