

(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2013-200927

(P2013-200927A)

(43) 公開日 平成25年10月3日(2013.10.3)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
G 1 1 B 5/73 (2006.01)	G 1 1 B 5/73	4 F 1 0 0
B 3 2 B 27/36 (2006.01)	B 3 2 B 27/36	5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2012-69549 (P2012-69549)	(71) 出願人	301020226 帝人デュボンフィルム株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号
(22) 出願日	平成24年3月26日 (2012.3.26)	(74) 代理人	100169085 弁理士 為山 太郎
		(72) 発明者	田中 良敬 岐阜県安八郡安八町南條1357番地 帝人デュボンフィルム株式会社内
		(72) 発明者	飯田 真 岐阜県安八郡安八町南條1357番地 帝人デュボンフィルム株式会社内
		(72) 発明者	中川 大 岐阜県安八郡安八町南條1357番地 帝人デュボンフィルム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 積層ポリエステルフィルムおよびそれを用いた塗布型磁気記録テープ

(57) 【要約】

【課題】塗布型磁気記録テープに用いても優れた電磁変換特性およびエラーレート特性を発現できるポリエステルフィルムの提供。

【解決手段】少なくともA層とB層の2層からなり、塗布型磁気記録テープに用いるベースフィルムであって、磁性層を形成する側のA層は、平均粒子径0.03 - 0.15 μmの粒子を0.001 - 0.19重量%含有し、且つ該A層表面の地肌指数が80 ~ 99.99%の範囲であり、他方磁性層を形成しない側のB層は、平均粒子径0.15 μm - 0.25 μmの粒子B1を0.01 - 0.3重量%含有し、且つB層表面における高さ30 nm以上の突起数が0 - 4000個/mm²であることを特徴とする積層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】

少なくとも A 層と B 層の 2 層からなり、塗布型磁気記録テープに用いるベースフィルムであって、磁性層を形成する側の A 層は、平均粒子径 $0.03 - 0.15 \mu\text{m}$ の粒子を $0.001 - 0.19$ 重量% 含有し、且つ該 A 層表面の地肌指数が $80 \sim 99.99\%$ の範囲であり、他方磁性層を形成しない側の B 層は、平均粒子径 $0.15 \mu\text{m} - 0.25 \mu\text{m}$ の粒子 B 1 を $0.01 - 0.3$ 重量% 含有し、且つ B 層表面における高さ 30nm 以上の突起数が $0 - 4000$ 個 / mm^2 であり、そして A 層の厚さ (t_a) と粒子 B の平均粒子径 (d_B) との比 (t_a / d_B) が、 $10 - 150$ の範囲である積層ポリエステルフィルム。

10

【請求項 2】

B 層が、B 1 粒子に加え、平均粒子径 $0.03 \mu\text{m}$ 以上 $0.15 \mu\text{m}$ 未満の粒子 B 2 を $0.05 - 0.35$ 重量% 含有してなる請求項 1 記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項 3】

ポリエステルがエチレンテレフタレートまたはエチレン - 2, 6 - ナフタレンジカルボキシレートの主たる繰り返し単位とする請求項 1 記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項 4】

厚みが $2.0 - 8.0 \mu\text{m}$ である請求項 1 記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項 5】

含有粒子 A が真球状シリカ、架橋ポリスチレン、架橋アクリル粒子、シリカ - アクリル複合粒子、酸化アルミニウムのいずれかである請求項 1 記載の積層ポリエステルフィルム。

20

【請求項 6】

粒子 B 1 が真球状シリカ、架橋ポリスチレン、架橋アクリル粒子、シリカ - アクリル複合粒子のいずれかである請求項 1 記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項 7】

粒子 B 2 が真球状シリカ、架橋ポリスチレン、架橋アクリル粒子、シリカ - アクリル複合粒子のいずれかである請求項 1 記載の積層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積層ポリエステルフィルムと、その磁性層を形成する側の表面に塗設により形成された磁性層とからなる塗布型磁気記録テープ。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、データストレージなどの塗布型磁気記録テープのベースフィルムに用いる積層ポリエステルフィルムに関する。

【背景技術】

【0002】

ポリエステルフィルムは、比較的安価で、優れた機械的特性を有することから磁気記録テープのベースフィルムに用いられてきた。そして、磁気記録テープのベースフィルムに用いる場合、ポリエステルフィルムには粗大な突起や欠点がない平坦な表面を有することが求められる。一方、磁性層をポリエステルフィルムに塗布して形成する塗布型磁気記録テープでは、ベースフィルムの巻取性や走行性が不安定であると、均一な磁性層を効率的に製造することができず、ポリエステルフィルムに不活性粒子などの滑剤を含有させて、表面に突起などを形成することが求められる。この 2 つの要求は相反するものであり、これらの要求を満たすために、特許文献 1 ~ 5 には、表面欠点を低減するために触媒種を特定のものにしたり、フィルム中に含有させる粒子として粗大粒子の少ないものを用いたりすること、およびそのような処理を行った表面欠点の少ないフィルムが提案されている。また特許文献 6 ~ 7 には、空間周波数に着目したベースフィルムのウネリ成分を低減することで原反形状の安定化や磁気記録媒体としての電磁変換特性に優れた二軸配向ポリエス

40

50

テルフィルムの提案がなされている。

【0003】

しかしながら、近年の高密度記録の要求はさまざまに、特に高記録容量のデータストレージなどの塗布型磁気記録テープでは、前述の特許文献1～5で表面欠点がないとされたフィルムや特許文献6～7でウネリが少ないとされたフィルムでも十分に応えられなくなってきた。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2004-114492号公報

10

【特許文献2】特開2003-291288号公報

【特許文献3】特開2002-363311号公報

【特許文献4】特開2002-363310号公報

【特許文献5】特開2002-059520号公報

【特許文献6】特開2001-341265号公報

【特許文献7】特開2004-091753号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の目的は、走行させたときの耐スクラッチ性を有しながらも、塗布型磁気記録テープのベースフィルムに用いたとき、優れた電磁変換特性および良好なエラーレート性能を発現できるポリエステルフィルムを提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは上記課題を解決しようとして鋭意研究した結果、少なくともA層とB層の2層からなり、塗布型磁気記録テープに用いるベースフィルムであって、磁性層を形成する側のA層は、平均粒子径 $0.03 - 0.15 \mu\text{m}$ の粒子を $0.001 - 0.19$ 重量%含有し、且つ該A層表面の地肌指数が $80 \sim 99.99\%$ の範囲であり、他方磁性層を形成しない側のB層は、平均粒子径 $0.15 \mu\text{m} - 0.25 \mu\text{m}$ の粒子B1を $0.01 - 0.3$ 重量%含有し、且つB層表面における高さ 30nm 以上の突起数が $0 - 4000$ 個/ mm^2 であり、そしてA層の厚さ(t_a)と粒子Bの平均粒子径(d_B)との比(t_a/d_B)が、 $10 - 150$ の範囲である積層ポリエステルフィルムが提供される。

30

【0007】

また、本発明の好ましい態様として、B層が、B1粒子に加え、平均粒子径 $0.03 \mu\text{m}$ 以上 $0.15 \mu\text{m}$ 未満の粒子B2を $0.05 - 0.35$ 重量%添加されていること、ポリエステルがエチレンテレフタレートまたはエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートの主たる繰り返し単位とすること、厚みが $2.0 - 8.0 \mu\text{m}$ であること、粒子Aが真球状シリカ粒子、架橋ポリスチレン粒子、架橋アクリル粒子、シリカーアクリル複合粒子、酸化アルミニウム粒子のいずれかであること、粒子B1が真球状シリカ粒子、架橋ポリスチレン粒子、架橋アクリル粒子、シリカーアクリル複合粒子、シリコーン粒子のいずれかであること、粒子B2が真球状シリカ粒子、架橋ポリスチレン粒子、架橋アクリル粒子、シリカ-アクリル複合粒子のいずれかであることの少なくともいずれかを具備する積層ポリエステルフィルムも提供される。

40

さらにまた、本発明の積層ポリエステルフィルムと、そのA層側に形成された磁性層とからなる塗布型磁気記録テープも提供される。

【発明の効果】

【0008】

本発明の積層ポリエステルフィルムを塗布型磁気記録テープのベースフィルムに用いることで、走行させたときのスクラッチの問題を抑えつつ、優れた電磁変換特性および良好なエラーレート性能を発現できる。

50

【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、本発明について、詳述する。

本発明におけるポリエステルは、フィルムへの製膜が可能なものであれば、それ自体公知のものを採用できる。例えば、ジオール成分と芳香族ジカルボン酸成分との重縮合によって得られる芳香族ポリエステルが好ましい。かかる芳香族ジカルボン酸成分としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸、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、6,6'-(エチレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸などの6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸が挙げられる。また、かかるジオール成分としては、例えばエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、1,6-ヘキサンジオールが挙げられる。

10

【0010】

これらの中でも、高温での加工時の寸法安定性の点からは、エチレンテレフタレートまたはエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートを主たる繰り返し単位とするものが好ましく、特にエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレートを主たる繰り返し単位とするものが好ましい。ここでいう主たるとは、好ましくは60モル%以上、70モル%以上、80モル%以上、さらに90モル%以上を意味する。

【0011】

また、より環境変化に対する寸法安定性を向上させる観点から、国際公開2008/096612号パンフレットに記載された6,6'-(エチレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分、6,6'-(トリメチレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分および6,6'-(ブチレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分などの6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分を共重合したのも挙げられる。好ましい(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分の共重合量は、全ジカルボン酸成分のモル数を基準として、5~40モル%の範囲、さらに6~35モル%の範囲、特に7~30モル%の範囲である。なお、6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分を共重合する場合は、エチレンテレフタレートまたはエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート成分と、6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分との合計量が、全酸成分の90モル%以上であることが好ましい。

20

【0012】

本発明におけるポリエステルは、6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分を含有しない場合は、 η_{inh} -クロロフェノール中、35において、6,6'-(アルキレンジオキシ)ジ-2-ナフトエ酸成分を含有する場合はP-クロロフェノール/1,1,2,2-テトラクロロエタン(40/60重量比)の混合溶媒中、35において、測定したときの固有粘度が0.40 dl/g以上であることが好ましく、0.40~1.0 dl/gであることがさらに好ましい。固有粘度が0.4 dl/g未満ではフィルム製膜時に切断が多発したり、成形加工後の製品の強度が不足したりすることがある。一方固有粘度が1.0 dl/gを超える場合は重合時の生産性が低下する。

30

【0013】

本発明におけるポリエステルの融点は、200~300であることが好ましく、更に好ましくは210~290、特に好ましくは220~280である。融点が下限に満たないと二軸配向フィルムの耐熱性が不十分な場合があり、融点が上限を超える場合は溶融混練する際の温度が非常に高温になり、熱劣化などを引き起こしやすくなる。

40

【0014】

なお、本発明におけるポリエステルは、本発明の効果を損なわない範囲で、それ自体公知の他の共重合成分をさらに共重合、例えば繰り返し単位のモル数に対して10モル%以下、さらに5モル%以下の範囲で共重合していてもよいし、他の熱可塑性樹脂などを、例えば20重量%以下、さらに10重量%以下の範囲でブレンドしても良い。

【0015】

ところで、本発明の積層ポリエステルフィルムは、上述のポリエステルから製造できる

50

が、搬送や巻取りなどの特性を実用上問題ない範囲で維持しつつ、データストレージにしたときの電磁変換特性を高度に維持させる観点から、磁性層を形成する側の表面は、平均粒子径 $0.03 - 0.15 \mu\text{m}$ の粒子を $0.001 - 0.19$ 重量%含有している必要がある。平均粒子径がこの範囲より小さい場合や、含有量が少ない場合は、搬送性が悪化してフィルムにスクラッチと称されるキズが入りやすくなり、エラーレートやドロップアウトの悪化を招く。また、粒子径や含有量がこれらの範囲を超える場合、表面が粗くなりすぎてしまい、電磁変換特性が悪化してしまう。好ましい平均粒子径の範囲は、 $0.03 - 0.15 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.04 - 0.14$ 、特に好ましくは $0.05 - 0.13 \mu\text{m}$ である。また、好ましい含有量の範囲は、 $0.001 - 0.09$ 重量%、更に好ましくは $0.005 - 0.08$ 重量%、特に好ましくは $0.01 - 0.07$ 重量%である。

10

【0016】

ところで、本発明の積層ポリエステルフィルムの磁性層を形成する表面の地肌指数は $80 - 99.99\%$ の範囲である。更に好ましくは $85 - 99.5\%$ の範囲、特に好ましくは $90 - 99.5\%$ の範囲、もっとも好ましくは $96 - 99.5\%$ の範囲であることが好ましい。この地肌指数は、非接触式三次元表面粗さ計によって測定された値であり、フィルム表面における突起や凹み部分を除外した面の面積比率を示す数値である。この地肌指数が電磁変換特性やテープカートリッジ保存後のエラーレートと密接な関係にあることを見出したのが本発明の特徴の一つである。地肌指数が、上記範囲にあることで、高度の電磁変換特性やテープカートリッジ保存後のエラーレートの低減を図りつつ、搬送性を高度に両立できる。

20

【0017】

このような地肌指数を所望の範囲にするには、粗面層側の粒子を前述した範囲内で配合することが効果的であるが、それだけでなく該積層ポリエステルフィルムの製造工程において延伸温度を後述するような条件にて延伸させることも極めて効果的である。なお、地肌指数を大きくしたい場合は、フィルムの横延伸時に粘弾性ができるだけ低くなる温度で、なおかつ、その温度自体で結晶が瞬時に進まない比較的高い温度での延伸といった条件を選択すればよく、他方小さくしたい場合は、フィルムの横延伸時に粘弾性の低下が起き始める温度での延伸といった、延伸温度を低くする条件を選択すればよい。

【0018】

含有させる粒子としては、もともと粗大粒子を含まないか含有するとしても極めて少ない粒子が好ましい。そのため、粒径分布曲線がシャープなものにしやすい、一次粒子の状態で存在しやすい粒子が好ましく、シリコン粒子、架橋アクリル樹脂粒子、架橋ポリエステル粒子、架橋ポリスチレン粒子などの有機高分子粒子および球状シリカ粒子、シリカと有機高分子の複合体粒子、からなる群から選ばれる少なくとも1種の粒子であることが好ましく、特にシリコン粒子、架橋ポリスチレン粒子および球状シリカ粒子、シリカアクリルの複合体粒子からなる群から選ばれる少なくとも1種の粒子であることが好ましい。もちろん、これらの粒子を含有させる場合は、さらに粗大粒子をなくすため、フィルターでのろ過を行ったり、分散剤で粒子の表面を処理したり、押出機での混練を強化することが好ましい。

30

【0019】

B層側は、平均粒子径 $0.15 \mu\text{m} - 0.25 \mu\text{m}$ の粒子B1を $0.01 - 0.3$ 重量%含有し、且つB層表面における高さ 30nm 以上の突起数が $0 - 4000$ ケ/ mm^2 である必要がある。粒子B1は、本発明の効果の点から、前述のA層に含有される粒子より、平均粒子径が $0.02 \mu\text{m}$ 以上大きいことが好ましく、さらに $0.05 \mu\text{m}$ 以上大きいことが好ましい。添加する粒子の粒子径や含有量がこの範囲より小さいあるいは少ない場合には、製品を巻き取る際に、フィルム同士の摩擦係数が高くなりすぎるためにブロッキングを引き起こしたり、フィルム層間の空気の抜けが悪くなったりするためにシワなどの欠点を発生させやすくなり、良品を高い収率で得ることが困難となる。また、B層側の粒子の粒子径や含有量がこの範囲より大きいまたは多い場合、もしくはB層表面における高さ 30nm 以上の突起数が 4000 ケ/ mm^2 を超える場合には、A層表面に磁性層を設

40

50

けて磁気テープとする際、キュアリングの工程などでB層表面の突起からの転写により磁性層表面に凹みを生じ、データを記録再生する際の信号抜け(ドロップアウト)やエラーレート増加の要因となる。より好ましい粒子B1の平均粒子径は $0.16 - 0.24 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.18 - 0.22 \mu\text{m}$ である。より好ましい粒子B1の含有量は $0.02 - 0.28$ 重量%、さらに好ましくは $0.03 - 0.26$ 重量%である。B層表面における高さ 30nm 以上の突起数のより好ましい範囲は $0 - 3000$ ヶ/ mm^2 、更に好ましくは $0 - 2000$ ヶ/ mm^2 、特に好ましくは $0 - 1000$ ヶ/ mm^2 である。

【0020】

本発明の積層ポリエステルフィルムは、磁性層を形成する側の表面(A層表面)は、表面粗さ(RaA)が $0.1 - 2.0 \text{nm}$ であることが好ましく、更に好ましくは $0.2 - 1.5 \text{nm}$ 、特に好ましくは、 $0.3 - 1.3 \text{nm}$ の範囲である。また、磁性層を形成しない側の表面(B層表面)は、表面粗さ(RaB)が $0.5 - 6 \text{nm}$ 、さらに $1 - 5.5 \text{nm}$ 、 $2 - 5 \text{nm}$ 、特に $3 - 5 \text{nm}$ の範囲にあることが好ましい。上述のRaA、RaBおよびA層表面の地肌指数とB層表面の 30nm 以上の高さの突起数を達成しつつ良好な巻取り性を確保する目的で、B層側にB1粒子よりも小さなB2粒子を併用することは好ましい。B2粒子の好ましい平均粒子径は $0.03 \mu\text{m}$ 以上 $0.15 \mu\text{m}$ 未満、より好ましい平均粒子径は $0.05 - 0.14 \mu\text{m}$ 、更に好ましい平均粒子径は $0.07 - 0.13 \mu\text{m}$ である。また、B2粒子の好ましい含有量は $0.05 - 0.35$ 重量%、より好ましい含有量は $0.1 - 0.30$ 重量%、更に好ましい含有量は $0.15 - 0.25$ 重量%である。

10

20

【0021】

また、本発明の積層ポリエステルフィルムは、磁性層を形成する側の最表層A層の層厚み t_A と磁性層を形成しない側の最表層B層中に含有される粒子の平均粒子径 d_B との比 t_A/d_B が $10 - 150$ である必要がある。この値が 10 未満では高記録密度における電磁変換特性とエラーレートを満足できず、一方 150 を超えると十分な巻取り性を保持できない。より好ましい t_A/d_B の範囲は $12 - 100$ 、更に好ましくは $14 - 80$ 、特に好ましくは $16 - 60$ である。

【0022】

つぎに、ポリエステルフィルムの製造方法について説明する。まず、本発明におけるポリエステルの製造方法は、例えば芳香族ジカルボン酸もしくはそのエステル形成性誘導体とアルキレングリコールとをエステル化反応もしくはエステル交換反応させてポリエステルの前駆体を合成する第一反応と、該前駆体を重縮合反応させる第二反応とからなり、それ自体公知の方法を採用できる。

30

【0023】

好ましい第一反応の条件については、常圧下で行ってもよいが、 $0.05 \text{MPa} \sim 0.5 \text{MPa}$ の加圧下で行うことが反応速度をより速めやすいことから好ましい。また、第一反応の温度は、 $210 \sim 270$ の範囲で行うことが好ましい。反応圧力を上記範囲内とすることで反応の進行を進みやすくしつつ、ジアルキレングリコールに代表される副生物の発生を抑制できる。このとき、アルキレングリコール成分は、第一反応を行う反応系に存在する酸成分に対し $1.1 \sim 6$ モル倍用いることが、反応速度及び樹脂の物性維持の点から好ましい。より好ましくは $2 \sim 5$ モル倍、さらに好ましくは $3 \sim 5$ モル倍である。

40

【0024】

また、第一反応の反応速度をより早くするには、それ自体公知の触媒を用いることが好ましく、たとえばLi, Na, K, Mg, Ca, Mn, Co, Tiなどの金属成分を有する金属化合物が好ましく挙げられ、これらの中でも加圧下で行う場合は、反応の進みやすさの点からMnやTi化合物が好ましい。特にTi化合物は、さらに重縮合反応触媒としても使用でき、かつ触媒残渣の析出も少ないことから好ましい。本発明で用いるチタン化合物としては、触媒残渣の析出による不溶性粗大異物の発生を抑制する観点からポリエステル中に可溶な有機チタン化合物が好ましい。特に好ましいチタン化合物としては、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトラブトキシド、チタ

50

ンテトラエトキシド、チタンテトラフェノキシド、トリメリット酸チタンなどを好ましく例示できる。

【0025】

添加する触媒量は、第一反応中に存在する全酸成分のモル数を基準として、金属元素換算で、10～150ミリモル%の範囲にあることが好ましく、さらに20～100ミリモル%、特に30～70ミリモル%の範囲にあることが反応速度を促進しつつ、触媒起因の粗大不溶性異物の生成を抑制でき、さらに得られる共重合芳香族ポリエステル耐熱性を高度に維持できることから好ましい。なお、チタン化合物を添加する場合の添加時期は、第一反応のエステル化反応開始時から存在するように添加し、前述のとおり、引き続き重縮合反応触媒として使用することが好ましい。もちろん、重縮合反応速度をコントロール

10

【0026】

つぎに、第一反応で得られた前駆体を重縮合反応させる第二反応について説明する。

本発明では、得られるポリエステルに、高度の熱安定性を付与させる目的で、第二反応における重縮合反応の開始以前に、反応系にリン化合物からなる熱安定剤を添加することが好ましい。具体的なリン化合物としては、化合物中にリン元素を有するものであれば特に限定されず、例えば、リン酸、亜リン酸、リン酸トリメチルエステル、リン酸トリブチルエステル、リン酸トリフェニルエステル、リン酸モノメチルエステル、リン酸ジメチルエステル、フェニルホスホン酸、フェニルホスホン酸ジメチルエステル、フェニルホスホン酸ジエチルエステル、リン酸アンモニウム、トリエチルホスホノアセテート、メチルジエチルホスホノアセテートなどを挙げることができ、これらのリン化合物は二種以上を併用してもよい。なお、リン化合物の添加時期は、第一反応が実質的に終了してから第二反応である重縮合反応初期の間に行うことが好ましく、添加は一度に行ってもよいし、2回以上に分割して行ってもよい。

20

【0027】

ところで、重縮合反応の温度は270～300の範囲で行い、重縮合反応中の圧力は50Pa以下の減圧下で行うのが好ましい。重縮合反応中の圧力が上限より高いと重縮合反応に要する時間が長くなり且つ重合度の高い共重合芳香族ポリエステルを得ることが困難になる。重縮合触媒としては、それ自体公知のTi, Al, Sb, Geなどの金属化合物を好適に使用でき、それらの中でもエステル化反応やエステル交換反応時に添加されたチタン化合物を引き続き使用することが触媒残渣による不溶性粗大異物の発生を抑制できることから好ましい。

30

【0028】

また、不活性粒子を含有させる方法については、アルキレングリコールのスラリー状態として、さらにフィルターなどによって粗大粒子を低減し、それを重合工程で添加して粒子含有量が0.02～1.0重量%の粒子含有マスターポリエステルを作成し、該マスターポリエステルを、粒子を含有しないポリエステルで希釈するのが、不活性粒子の凝集による粗大突起を低減する上で好ましい。

【0029】

このようにして得られるポリエステルは、本発明の効果を阻害しない範囲で、紫外線吸収剤等の安定剤、酸化防止剤、可塑剤、ワックスなどの滑剤、難燃剤、離型剤、核剤、を必要に応じて配合しても良い。なお、磁性層を形成する側の表面におけるうねり指数を低減する観点から、うねり指数を大きくしやすいポリエステルと非相溶な他の熱可塑性ポリマー、顔料、充填剤、ガラス繊維、炭素繊維、層状ケイ酸塩などは含有させないことが好ましい。

40

【0030】

本発明の積層ポリエステルフィルムは、例えば、ポリエステルA層用のポリマーと、対面を形成するポリエステルB層用のポリマーとを用意し、これらを溶融状態で積層してダイからシート状に共押出する工程、得られたシート状物を冷却固化することで、積層未延伸ポリエステルフィルムとする工程、そして得られた積層未延伸ポリエステルフィルム

50

を製膜方向と幅方向に延伸することで製造できる。熔融状態で押し出す工程での温度は、未熔融物がなく、過度にポリエステル熱劣化が進まない温度であれば特に制限されず、例えば、ポリエステルの融点 (T_m :) ないし ($T_m + 70$) の温度で行うことが好ましい。つぎに、冷却については、得られる積層未延伸ポリエステルフィルムの平坦性を維持しつつ、厚み斑も少なくするために、フィルム製膜方向に沿ってダイの下方に設置された回転する冷却ドラムを用い、それにシート状物を密着させて冷却するのが好ましい。つづいて、延伸については、積層未延伸ポリエステルフィルムを、一軸方向（縦方向または横方向）に（ポリエステルのガラス転移温度 (T_g) - 10） ~ ($T_g + 60$) の温度で 2.5 倍以上、好ましくは 3 倍以上の倍率で延伸し、次いで上記延伸方向と直交する方向に T_g ~ ($T_g + 60$) の温度で 2.5 倍以上、好ましくは 3 倍以上の倍率で延伸するのが好ましい。この際、前述した地肌指数を所望の範囲内に収めるため、横延伸温度は、($T_g + 25$) ~ ($T_g + 60$) の範囲で延伸させることが望ましい。更に好ましくは ($T_g + 30$) ~ ($T_g + 60$)、特に好ましくは ($T_g + 30$) ~ ($T_g + 55$) が望ましく、最も望ましくは ($T_g + 35$) ~ ($T_g + 55$) の範囲が望ましい。この際、横延伸温度は、段階的に引き上げることが好ましく、いずれの温度も上記範囲内にあることが好ましい。横延伸温度が T_g に対して低すぎたりすると過度な延伸時応力が粒子に集中し、その結果、粒子周辺のポイドが大きくなることで突起が高く且つ、大きなものとなる。一方、上述した温度領域でマイルドに横延伸させた場合、同時に横延伸倍率を通常よりも高くすることで粗面層側を平坦化させることができ、その結果、所望の高さと大きさを有する突起を形成することが可能になる。

10

20

【0031】

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。このように延伸したときの全延伸倍率は、面積延伸倍率（縦方向の延伸倍率 × 横方向の延伸倍率）として 9 倍以上が好ましく、12 ~ 35 倍がさらに好ましく、15 ~ 30 倍が特に好ましい。さらにまた、二軸配向フィルムは、($T_m - 70$) ~ ($T_m - 10$) の温度で熱固定することができ、例えば 180 ~ 250 で熱固定するのが好ましい。熱固定時間は 0.1 ~ 60 秒が好ましい。また、前述の延伸は逐次二軸延伸で説明したが、縦方向と横方向に同時に延伸する同時二軸延伸を用いても良い。

【0032】

本発明の積層ポリエステルフィルムは、高密度磁気記録媒体のベースフィルムとして用いた際に優れた寸法安定性を発現するために、長手方向のヤング率が 3 ~ 10 GPa、さらに 3.5 ~ 9 GPa、特に 4 ~ 8 GPa であることが好ましい。一方、幅方向のヤング率は、ベースフィルムでの温度膨張係数を後述の範囲とさせやすい観点から、4 ~ 15 GPa、さらに 5 ~ 14 GPa、特に 6 ~ 13 GPa、もっとも好ましくは 7 ~ 11 GPa の範囲であることが好ましい。幅方向のヤング率が下限未満では、磁気記録テープとしたときの温度膨張係数を小さくすることが困難となり、他方上限を超えると、磁気記録テープとしたときの温度膨張係数が過度に小さくなってしまふ。

30

【0033】

A 層の厚み範囲は、上述の B 層中の粒子の平均粒子径との比で設定されるが、高密度磁気記録による記録容量確保の観点から、好ましくは 1 - 7 μm 、より好ましくは 1.5 - 6.0 μm 、更に好ましくは 2.0 - 5.0 μm 、特に好ましくは 2.5 - 4.0 μm である。

40

【0034】

フィルムの全厚みの好ましい範囲も上述のテープとしての高容量達成のため、好ましくは 2 - 8 μm 、より好ましくは 2.5 - 7 μm 、更に好ましくは 3.0 - 6 μm 、特に好ましくは 3 - 4.5 μm である。厚みが下限より小さい場合は、テープに腰がなくなるため、電磁変換特性が低下する。厚みが上限を超える場合は、テープ 1 巻あたりのテープ長さが短くなるため、磁気テープの小型化、高容量化が困難になりやすい。

【0035】

また、本発明の積層ポリエステルフィルムは、磁性層を形成する平坦層側の表面を形成

50

するポリエステル層をA層とした場合、その厚みが、積層ポリエステルフィルムの厚みに対して、20～99%、さらに30～97%、特に40～95%の範囲にあることが好ましい。A層が全厚に対して下限未満の場合、磁性層を形成しない粗面層側のポリエステル層(B層)に含まれる粒子の突上げにより地肌指数が低下し、電磁変換特性が悪化しやすくなる。他方、A層の厚みを上限以下にすることで、B層の粒子の脱落を抑制し、該積層ポリエステルフィルムを製膜する際に生じる、製品とならない部分を回収してB層に用いることができ、製造コストなどの低減も図ることができる。

【0036】

本発明の積層ポリエステルフィルムは、磁性層との密着性を高める目的で、水溶性ないし水分散性ポリエステル、アクリル樹脂水分散体、ウレタンなどからなるコーティング層をA層表面に設けることも可能である。これらのコーティング層にはフィラーや界面活性剤を必要に応じて含むことができる。これらのコーティング層は、未延伸フィルムあるいは一軸延伸後のフィルムに公知の方法で塗布し、延伸しながら乾燥することで乾燥塗膜を得ることができる。

10

【0037】

本発明の積層ポリエステルフィルムは、高密度磁気記録テープ、特にデジタル記録型磁気記録テープのベースフィルムとして好ましく用いられる。そこで、本発明の積層ポリエステルフィルムを用いた磁気記録媒体について、さらに説明する。

【0038】

本発明の磁気記録媒体は、上述の積層ポリエステルフィルムに磁性層を形成することで製造できる。なお、本発明の積層ポリエステルフィルムの表面には、磁性層などとの接着性を向上させるために、本発明の効果を損なわない範囲で、それ自体公知の易接着機能を有する塗膜層などを形成しても良い。

20

【0039】

本発明の磁気記録テープにおける磁性層は、鉄または鉄を主成分とする針状微細磁性粉やバリウムフェライトをポリ塩化ビニル、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、その塗液を塗布して形成したものであり、前述のとおり、本発明の積層ポリエステルフィルムを使用することで、寸法安定性と電磁変換特性やエラーレート性能に選りすぐれた磁気記録テープとすることができる。

【0040】

なお、磁性層は、その厚みが1 μ m以下、さらに0.1～1 μ mとなるように塗布するのが、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塗布型磁気記録テープとする観点から好ましい。また、必要に応じて、塗布型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し、塗設することも好ましい。

30

【0041】

また、磁性層の表面には、目的、用途、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、含フッ素カルボン酸系潤滑層を順次設け、さらに他方の表面に、公知のバックコート層を設けてもよい。

このようにして得られる塗布型磁気記録テープは、データ8ミリ、DDSI V、DLT、S-DLT、LTO等のデータ用途の磁気テープとして極めて有用である。

40

【実施例】

【0042】

以下に実施例及び比較例を挙げ、本発明をより具体的に説明する。なお、本発明におけるポリエステル、積層ポリエステルフィルムおよびデータストレージの特性は、下記の方法で測定および評価した。

【0043】

(1) 固有粘度

得られたポリエステルの固有粘度は、前述のとおり、o-クロロフェノール、35で測定し、o-クロロフェノールでは均一に溶解するのが困難な場合は、p-クロロフェノ

50

ール / 1, 1, 2, 2 - テトラクロロエタン (40 / 60 重量比) の混合溶媒を用いて 35 で測定して求めた。

【0044】

(2) フィルム中の粒子の粒径

フィルム表面層のポリエステルをプラズマ低温灰化処理法 (例えばヤマト科学製、PR-503 型) で除去し、粒子を露出させる。処理条件は、ポリエステルは灰化されるが粒子はダメージを受けない条件を選択する。これを SEM (走査型電子顕微鏡) にて 1 万倍程度の倍率で粒子を観察し、粒子の画像 (粒子によってできる光の濃淡) をイメージアナライザー (例えば、ケンブリッジインストルメント製、QTM900) に結びつけ、観察箇所を変えて少なくとも 5,000 個の粒子の面積円相当径 (Di) を求める。この結果から粒子の粒径分布曲線を作成した。なお、粒子種の同定は SEM-XMA、ICP による金属元素の定量分析などを使用することができる。また、添加する不活性粒子の平均粒径は、同様な測定を行って各粒子の粒径を求め、数平均を平均粒径とした。

10

【0045】

(3) 粒子の含有量

(3-1) 各層中の粒子の総含有量

積層二軸配向ポリエステルフィルムからポリエステル A 層、ポリエステル B 層を各々 100 g 程度削り採ってサンプリングし、ポリエステルは溶解し粒子は溶解させない溶媒を選択して、サンプルを溶解した後、粒子をポリエステルから遠心分離し、サンプル重量に対する粒子の比率 (重量%) をもって各層中の粒子総含有量とする。

20

【0046】

(3-2) 各層中の無機粒子の総含有量

積層ポリエステルフィルムの無機粒子が存在する場合は、ポリエステル A 層、ポリエステル B 層を各々削り採って 100 g 程度サンプリングし、これを白金ルツボ中にて 1,000 程度の炉の中で 3 時間以上燃焼させ、次いでルツボ中の燃焼物をテレフタル酸 (粉体) と混合し 50 グラムの錠型のプレートを作成する。このプレートを波長分散型蛍光 X 線を用いて各元素のカウント値をあらかじめ作成してある元素毎の検量線より換算し各層中の無機粒子の総含有量を決定する。蛍光 X 線を測定する際の X 線管は Cr 管が好ましく Rh 管で測定してもよい。X 線出力は 4 KW と設定し分光結晶は測定する元素毎に変更する。材質の異なる無機粒子が複数種類存在する場合は、この測定により各材質の無機粒子の含有量を決定する。

30

【0047】

(3-3) 各層中の各種粒子の含有量 (無機粒子が存在しない場合)

層中に無機粒子が存在しない場合は、前記 (2) により求めたピークを構成する各粒子の個数割合と平均粒径と粒子の密度から各ピーク領域に存在する粒子の重量割合を算出し、これと前記 (3-1) で求めた各層中の粒子の総含有量とから、各ピーク領域に存在する粒子の含有量 (重量%) を求める。

なお、代表的な微粒子の密度は下記のとおりである。

架橋シリコーン樹脂の密度 : 1.35 g / cm³

架橋ポリスチレン樹脂の密度 : 1.05 g / cm³

架橋アクリル樹脂の密度 : 1.20 g / cm³

40

なお、樹脂の密度は (3-1) の方法でポリエステルから遠心分離した粒子をさらに分別し、例えば、ピクノメーターにより「微粒子ハンドブック：朝倉書店、1991 年版、150 頁」に記載の方法で測定することができる。

【0048】

(3-4) 各層中の各種粒子の含有量 (無機粒子が存在する場合)

層中に無機粒子が存在する場合は、前記 (3-1) で求めた各層中の粒子の総含有量と前記 (3-2) で求めた各層中の無機粒子の総含有量とから層中の有機粒子と無機粒子の含有量をそれぞれ算出し、有機粒子の含有量は上記 (3-3) の方法で、無機粒子の含有量は上記 (3-2) の方法で、それぞれ含有量 (重量%) を求める。

50

【0049】

(4) フィルムおよび各ポリエステル層の厚み

(4-1) フィルムの厚み

ゴミが入らないようにフィルムを10枚重ね、打点式電子マイクロメータにて厚みを測定し、1枚当たりのフィルム厚みを計算する。

【0050】

(4-2) 各ポリエステル層の厚み

2次イオン質量分析装置(SIMS)を用いて、表層から深さ3,000nm迄の範囲のフィルム中の粒子の内もっとも高濃度の粒子に起因する元素とポリエステルの炭素元素の濃度比(M+/C+)を粒子濃度とし、表面から深さ3,000nmまで厚さ方向の分析を行う。表層では表面という界面のために粒子濃度は低く表面から遠ざかるにつれて粒子濃度は高くなる。そして一旦極大値となった粒子濃度がまた減少し始める。この濃度分布曲線をもとに表層粒子濃度が極大値の1/2となる深さ(この深さは極大値となる深さよりも深い)を求め、これを表層厚さとする。そして、先ほどのフィルムの厚みと表層厚みとから、各層の厚みを算出する。

10

条件は次のとおりである。

(a) 測定装置：2次イオン質量分析装置(SIMS)

(b) 測定条件

1次イオン種 : O^{2+}

1次イオン加速電圧 : 12KV

1次イオン電流 : 200nA

ラスタ領域 : 400 μ m

分析領域 : ゲート30%

測定真空度 : 0.8Pa (6.0×10^{-3} Torr)

E-GUN : 0.5KV - 3.0A

20

なお、表層から深さ3000nm迄の範囲にもっとも多く含有する粒子が有機高分子粒子の場合はSIMSでは測定が難しいので、表面からエッチングしながらXPS(X線光電子分光法)、IR(赤外分光法)などで上記同様のデプスプロファイルを測定し、表層厚さを求めてもよい。

【0051】

30

(5) ヤング率

フィルムを試料幅10mm、長さ15cmに切り、チャック間100mmにして、引張速度10m/min、チャート速度500mm/minの条件でインストロタイプの万能引張試験装置にて引っ張る。得られる荷重-伸び曲線の立上り部の接線よりヤング率を計算する。

【0052】

(6) 表面粗さ(Ra)

非接触式三次元表面粗さ計(ZYGO社製: New View 5022)を用いて測定倍率25倍、測定面積283 μ m \times 213 μ m(=0.0603mm²)の条件にて測定し、該粗さ計に内蔵された表面解析ソフトMetro Proにより中心面平均粗さ(Ra)を求め、これを表面粗さ(Ra)とした。なお、測定は測定箇所を変えて10回行い、それらの平均値を中心面平均粗さ(Ra)とした。また積層ポリエステルフィルムの平坦な側(A層側)の表面の表面粗さをRaA、粗い側(B層側)の表面の粗さをRaBとした。

40

【0053】

(7) 地肌指数および高さ30nm以上の突起数

非接触式三次元表面粗さ計(ZYGO社製: New View 5022)を用いて、上述(6)の条件にてRaを測定後、該粗さ計に内蔵されたソフトMetro Proにより、表面のセンターラインから高さ方向に凸側と凹側にそれぞれ5nmずつ離れたラインを引き、それ以上の高さを有するものを突起と認識させ、さらに0.5 μ m²以上の面積

50

を有する突起を突起数としてカウントした。この突起全ての突起面積を合計し、測定面積 $283 \mu\text{m} \times 213 \mu\text{m} = (0.0603 \text{mm}^2)$ から差し引いた値を測定面積に対する百分率で表した数値を本発明でいう地肌指数として求めた。

また、高さ 30nm 以上の突起数は、上記突起数としてカウントしたものの中から、高さが 30nm 以上の突起数をカウントして求めた。なお、測定は測定箇所を変えて 10 回行い、それらの平均値を地肌指数および高さが 30nm 以上の突起数とした。

【0054】

(8) 走行フィルム貼りつき試験

市販のフリクションテスターを用いて、幅 12.7mm 、長さ 30cm のフィルムを試験片として準備し、荷重 100g 、速度 10mm/秒 、走行長さ 10cm 、繰り返し回数 30 回の条件下で、粗さ 19nm 、直径 6mm のクロムメッキ性の金属ガイドローラーに抱き角 90° でフィルムの平坦面側を走行させた。走行させた際に、走行は安定していたが、走行後のフィルムを実体顕微鏡で観察したときに長さ 1cm 以上の傷が 5 本以下だった場合を、フィルムが金属ガイドローラーに貼りついて走行が不安定になったり、傷が 5 本から無数に入ったりしたものを \times として評価した。

：貼りつきが起らずフィルム搬送が安定し、長さ 1cm 以上の傷がない

：貼りつきが起らずフィルム搬送が安定し、長さ 1cm 以上の傷が 5 本以下

\times ：貼りつきが起り、フィルム搬送が不安定、もしくは傷が 5 本以上

【0055】

(9) フィルムの静摩擦係数

ポリエステル A 層側の表面とポリエステル B 層側の表面とを重ね合わせた 2 枚のフィルムの下側に固定したガラス板を置き、重ね合わせたフィルムの下側（ガラス板と接しているフィルム）のフィルムを低速ロールにて引取り（ 10cm/min ）、上側のフィルム的一端（下側フィルムの引取り方向と逆端）に検出器を固定してフィルム/フィルム間のスタート時の引張力を検出する。なお、そのときに用いるスレッドは重さ 200g 、下側面積 50cm^2 のものを使用する。

なお、静摩擦係数（ μ_s ）は次式より求めた。

$$\mu_s = (\text{スタート時の引張力 } g) / (\text{荷重 } 200 \text{g})$$

フィルムの静摩擦係数が、 1.0 を超える場合は、極端に滑り性が低下し、フィルムをロール状に巻き取る際、ブロッキングやシワなどの欠陥が出やすくなり好ましくない。

【0056】

(10) 巻取り良品率

親ロールから 1m 幅の製品ロールを 80m/分 でスリットしながら、 5000m の長さで 100 本巻取った際の、ブロッキングやシワのない良品の割合に従って次の通りとする。

：ブロッキングやシワなどの欠陥のないものの割合	$85 - 100\%$
：	同上 $70 - 84\%$
\times ：	同上 70% 未満

【0057】

(11) 磁気テープの作成

各実施例及び比較例で得られた幅 1000mm 、長さ 1000m の積層二軸配向ポリエステルフィルムの粗面層（A層）側表面に、下記組成のバックコート層塗料をダイコート（加工時の張力： 20MPa 、温度： 120 、速度： 200m/分 ）で、塗布し、乾燥させた後、フィルムの平坦層（B層）側表面に下記組成の非磁性塗料、磁性塗料をダイコートで同時に膜厚を変えて塗布し、磁気配向させて乾燥させる。さらに、小型テストカレンダー装置（スチールロール/ナイロンロール、 5 段）で、温度： 70 、線圧： 200kg/cm でカレンダー処理した後、 70 、 48 時間キュアリングする。上記テープを 12.65mm にスリットし、カセットに組み込み磁気記録テープとした。なお、乾燥後のバックコート層、非磁性層および磁性層の厚みは、それぞれ $0.5 \mu\text{m}$ 、 $1.2 \mu\text{m}$ および $0.1 \mu\text{m}$ となるように塗布量を調整した。

【 0 0 5 8 】

< 非磁性塗料の組成 >

・二酸化チタン微粒子	: 1 0 0 重量部	
・エスレック A (積水化学製塩化ビニル / 酢酸ビニル共重合体	: 1 0 重量部	
・ニッポラン 2 3 0 4 (日本ポリウレタン 製ポリウレタンエラストマ)	: 1 0 重量部	
・コロネート L (日本ポポリウレタン製ポリイソシアネート)	: 5 重量部	
・レシチン	: 1 重量部	
・メチルエチルケトン	: 7 5 重量部	
・メチルイソブチルケトン	: 7 5 重量部	
・トルエン	: 7 5 重量部	10
・カーボンブラック	: 2 重量部	
・ラウリン酸	: 1 . 5 重量部	

< 磁性塗料の組成 >

・鉄 (長軸 : 0 . 0 3 7 μ m、針状比 : 3 . 5、2 3 5 0 エルステッド)	: 1 0 0 重量部	
・エスレック A (積水化学製塩化ビニル / 酢酸ビニル共重合体	: 1 0 重量部	
・ニッポラン 2 3 0 4 (日本ポリウレタン 製ポリウレタンエラストマ)	: 1 0 重量部	
・コロネート L (日本ポリウレタン製ポリイソシアネート)	: 5 重量部	
・レシチン	: 1 重量部	
・メチルエチルケトン	: 7 5 重量部	
・メチルイソブチルケトン	: 7 5 重量部	20
・トルエン	: 7 5 重量部	
・カーボンブラック	: 2 重量部	
・ラウリン酸	: 1 . 5 重量部	

< バックコート層塗料の組成 : >

カーボンブラック	: 1 0 0 重量部	
熱可塑性ポリウレタン樹脂	: 6 0 重量部	
イソシアネート化合物 (日本ポリウレタン工業社製コロネート L)	: 1 8 重量部	
シリコーンオイル	: 0 . 5 重量部	
メチルエチルケトン	: 2 5 0 重量部	30
トルエン	: 5 0 重量部	

【 0 0 5 9 】

(1 2) 電磁変換特性

電磁変換特性測定には、ヘッドを固定した 1 / 2 インチリニアシステムを用いた。記録は、電磁誘導型ヘッド (トラック幅 2 5 μ m、ギャップ 0 . 1 μ m) を用い、再生は M R ヘッド (8 μ m) を用いた。ヘッド / テープの相対速度は 1 0 m / 秒とし、記録波長 0 . 2 μ m の信号を記録し、再生信号をスペクトラムアナライザーで周波数分析し、キャリア信号 (波長 0 . 2 μ m) の出力 C と、スペクトル全域の積分ノイズ N の比を C / N 比とし、上記 1 0 の方法で作成した実施例 4 を 0 d B とした相対値を求め、以下の基準で、評価した。

○	: + 1 d B 以上
●	: - 1 d B 以上、+ 1 d B 未満
×	: - 1 d B 未満

【 0 0 6 0 】

(1 3) エラーレート

上記 (1 1) で作製したテープ原反を 1 2 . 6 5 mm (1 / 2 インチ) 幅にスリットし、それを L T O 用のケースに組み込み、磁気記録テープの長さが 8 5 0 m のデータストレージカートリッジを作成した。このデータストレージを、I B M 社製 L T O 5 ドライブを用いて 2 3 . 5 0 % R H の環境で記録し (記録波長 0 . 5 5 μ m)、次に、カートリッジを 5 0 、 8 0 % R H 環境下に 7 日間保存した。カートリッジを 1 日常温に保存した後、

10

20

30

40

50

全長の再生を行い、再生時の信号のエラーレートを測定した。エラーレートはドライブから出力されるエラー情報（エラービット数）から次式にて算出する。次の基準で寸法安定性を評価する。

エラーレート = (エラービット数) / (書き込みビット数)

：エラーレートが 1.0×10^{-6} 未満

：エラーレートが 1.0×10^{-6} 以上、 1.0×10^{-4} 未満

×：エラーレートが 1.0×10^{-4} 以上

【0061】

(14) ドロップアウト (DO)

上記(13)でエラーレートを測定したデータストレージカートリッジを、IBM社製LTO5ドライブに装填してデータ信号を14GB記録し、それを再生した。平均信号振幅に対して50%以下の振幅(P-P値)の信号をミッシングパルスとし、4個以上連続したミッシングパルスをドロップアウトとして検出した。なお、ドロップアウトは850m長1巻を評価し、1m当たりの個数に換算して、下記の基準で判定する。

：ドロップアウト 3個/m未満

：ドロップアウト 3個/m以上、9個/m未満

×：ドロップアウト 9個/m以上

【0062】

[実施例1]

平坦層側に添加する不活性粒子として、平均粒径 $0.12 \mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子(粒子A)を0.03重量%含有した固有粘度が0.62のポリエステルA層用ポリエチレン-2,6-ナフタレートペレット(ガラス転移温度:121、融点:265)と粗面層側に添加する不活性粒子B1として、平均粒径 $0.24 \mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子を0.04重量%と不活性粒子B2として平均粒径 $0.12 \mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子を0.20重量%とを含有した、固有粘度が0.62のポリエステルB層用ポリエチレン-2,6-ナフタレートペレット(ガラス転移温度:121、融点:265)を用意した。そして、それぞれペレットを170で6時間乾燥した後、2台の押出機ホッパーにそれぞれ供給し、溶融温度300で、A層:B層=78:22の厚み比率でダイから冷却ドラム上にシート状に共押し出し、積層未延伸ポリエステルフィルムを得た。

このようにして得られた積層未延伸ポリエステルフィルムを、120に予熱し、上方よりIRヒーターにてフィルム表面温度が140になるように加熱し、延伸倍率5.0倍で縦方向(製膜方向)の延伸を行った。続いて、155に加熱されたステンター内に供給し、165、170に段階的に温度を上げながら、横方向に5.3倍に延伸(第1段)後、更に180に加熱されたステンター内に供給して再度横方向に1.2倍に延伸した後、210の熱風で4秒間熱固定し、厚み $4.5 \mu\text{m}$ の積層二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムのヤング率は縦方向6.0GPa、横方向9.1GPaであった。ポリエステルA層の地肌指数は98.09%であった。

得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムの特性を表1に示す。

【0063】

[実施例2~3および比較例1、2、5、6]

含有させる粒子A、粒子B1、B2を、また各層の厚さを表1に示すように変更した他は、実施例1と同様な操作を繰り返した。ここでシリカーアクリル粒子とは、日本触媒製ソリオスターSP-01(固形分5%の水分散体。粒径 $0.15 \mu\text{m}$)の分散媒をエチレングリコールに置換した後に重合に用いた。

【0064】

[実施例4]

平坦層側に添加する不活性粒子Aとして、平均粒径 $0.03 \mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子(粒子A)を0.06重量%含有した固有粘度が0.62のポリエステルA層用ポリエチレンテレフタレートペレット(ガラス転移温度:76、融点:255)と粗面層側に

10

20

30

40

50

添加する不活性粒子 B 1 として、平均粒径 0.24 μm の真球状シリカ粒子を 0.26 重量% 含有した、固有粘度が 0.62 のポリエステル B 層用ポリエチレンテレフタレートペレット（ガラス転移温度：76、融点：255）を用意した。そして、それぞれペレットを 170 で 3 時間乾燥した後、2 台の押出機ホッパーにそれぞれ供給し、熔融温度 280 で、A 層：B 層 = 89：11 の厚み比率でダイから冷却ドラム上にシート状に共押し出し、積層未延伸ポリエステルフィルムを得た。

このようにして得られた積層未延伸ポリエステルフィルムを、90 に予熱し、上方より IR ヒーターにてフィルム表面温度が 100 になるように加熱し、延伸倍率 3.5 倍で縦方向（製膜方向）の延伸を行った。続いて、120 に加熱されたステンター内に供給し、ステンター内に供給し、125、130 に段階的に温度を上げながら、横方向に 4.1 倍に延伸（第 1 段）後、更に 180 に加熱されたステンター内に供給して再度横方向に 1.08 倍に延伸した後、220 の熱風で 4 秒間熱固定し、厚み 4.5 μm の積層二軸配向ポリエステルフィルムを得た。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムのヤング率は縦方向 5.5 GPa、横方向 7.1 GPa であった。ポリエステル A 層の地肌指数は 98.17% であった。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムの特性を表 1 に示す。

10

【0065】

[実施例 5 ~ 7]

含有させる粒子 A、粒子 B 1、B 2 を、また各層の厚さを表 1 に示すように変更した他は、実施例 4 と同様な操作を繰り返した。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムの特性を表 1 に示す。

20

【0066】

[比較例 3]

含有させる粒子 A を、表 1 に示すように変更した他は、実施例 1 と同様な操作を繰り返した。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムの特性を表 1 に示す。

【0067】

[比較例 4]

横延伸の条件に関して、横延伸温度を 125、130、160 で横方向に 5.3 倍に延伸（第 1 段）後、更に 150 に加熱されたステンター内に供給して再度横方向に 1.2 倍に延伸し、含有させる粒子 B 1 を、表 1 に示すように変更した他は、実施例 1 と同様な操作を繰り返した。得られた積層二軸配向ポリエステルフィルムの特性を表 1 に示す。

30

【0068】

【 表 1 】

A層粒子	粒子種	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例	比較例	比較例	比較例	比較例	比較例
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	
	平均粒径	真球状 シカ	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	真球状 シカ	アルミナ	シカ一 アケル	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ
	含有量	0.03	0.05	0.05	0.06	0.06	0.015	0.04	0.04	0.03	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
B層粒子	粒子種	真球状 シカ	架橋ホリ スレン	シカ一 アケル	真球状 シカ	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	架橋ホリ スレン	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ
	平均粒径	0.24	0.18	0.15	0.24	0.18	0.18	0.24	0.18	0.18	—	—	—	—	—
	含有量	0.04	0.20	0.15	0.26	0.03	0.20	0.08	0.06	—	—	—	—	—	—
全粒子B	粒子種	真球状 シカ	—	架橋ホリ スレン	—	架橋ホリ スレン	—	真球状 シカ	—	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ	真球状 シカ
	平均粒径	0.12	—	0.06	—	0.06	—	0.12	—	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
	含有量	0.20	—	0.20	—	0.30	—	0.30	—	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
厚み	数平均粒径	0.14	0.18	0.10	0.24	0.07	0.18	0.15	0.18	0.12	0.14	0.17	0.15	0.14	0.14
	ポリマー種類	PEN	PEN	PEN	PET	PET	PEN	PET	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN
	全厚み	3.5	2.7	3.0	4.0	3.5	4.7	2.0	2.5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
表面粗さ (Ra)	A層	25.0	15.0	30.4	16.7	49.4	26.1	13.8	15.0	29.2	25.0	20.2	22.8	25.0	25.0
	B層	1.3	1.0	0.7	0.9	1.5	1.3	5.6	5.5	2.8	4.2	7.8	6.3	4.2	4.2
地肌指数	A層	98.09	99.14	98.92	98.17	98.28	98.19	97.45	99.68	99.11	84.65	75.55	88.01	90.05	90.05
	A層	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
粗面突起数	A層	1530	2010	670	1940	650	2000	2575	2010	810	1530	3160	4650	1530	1530
	B層	0.88	0.79	0.78	0.71	0.71	0.92	0.96	0.98	1以上	0.66	0.62	0.62	0.62	0.62
巻取り良品率	A層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	B層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
電磁変換特性	A層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	B層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
エラーレート	A層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	B層	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
ドロップアウト	A層	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	B層	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

【 産業上の利用可能性 】

【 0069 】

本発明の二軸配向積層ポリエステルフィルムは、磁気記録媒体としたときにエラーヤド
 ドロップアウトが少なく、かつ優れた電磁変換特性を発現できることから、高密度磁気記録

媒体、特にデジタル記録型磁気記録テープのベースフィルムとして好適に用いることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 室 伸次

岐阜県安八郡安八町南條1 3 5 7番地 帝人デュポンフィルム株式会社内

Fターム(参考) 4F100 AA19A AA19B AA20A AA20B AK12A AK12B AK25A AK25B AK41A AK41B

AK42A AK42B BA03 BA07 CA20C DD07B DE01A DE01B GB41 GB48

YY00A YY00B

5D006 CB01 CB08 EA01 FA05