



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 693 33 590 T2 2005.07.28**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 0 903 375 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 693 33 590.4

(96) Europäisches Aktenzeichen: 98 114 355.5

(96) Europäischer Anmeldetag: 21.01.1993

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 24.03.1999

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 11.08.2004

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 28.07.2005

(51) Int Cl.⁷: **C08L 67/02**

C08K 3/22, C08J 5/18

(30) Unionspriorität:

1103292 24.01.1992 JP
16060592 19.06.1992 JP

(73) Patentinhaber:

Toray Industries, Inc., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:

LEINWEBER & ZIMMERMANN, 80331 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB, IT, LU, NL

(72) Erfinder:

Yoshida, Minoru, Chiba, JP; Sasaki, Toshihiro,
Susono-shi, Shizuoka 410-11, JP; Ueda, Toshiaki,
Otsu-shi, Shiga 520, JP; Aoyama, Masatoshi,
Mishima-shi, Shizuoka 411-0022, JP; Suzuki,
Masaru, Ito-shi, Shizuoka 414, JP

(54) Bezeichnung: **Thermoplastische Polyesterzusammensetzung und daraus hergestellter Film**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung und daraus hergestellte Filme, und insbesondere betrifft sie eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung, die geeignet ist, um geformte Körper (Filme oder Fasern) zu erhalten, die ausgezeichnete Gleitfähigkeit, Abriebfestigkeit und Kratzfestigkeit (Ausmaß des Kratzens während Bewegung bei hoher Geschwindigkeit) durch gleichförmiges Verteilen feiner Aluminiumoxidteilchen mit spezifizierten Kristallstrukturen in der thermoplastischen Polyesterzusammensetzung aufweisen.

[0002] Im Allgemeinen weist ein thermoplastischer Polyester, beispielsweise Polyethylenterephthalat, ausgezeichnete mechanische Eigenschaften auf und wird zur Bildung von geformten Produkten wie Filmen, Fasern usw. umfassend eingesetzt.

[0003] Üblicherweise sind inerte Teilchen im Polyester vorhanden, wodurch Vorsprünge an der rückseitigen Oberfläche eines geformten Produkts gebildet werden, um dem geformten Produkt Gleitfähigkeit zu verleihen. Obwohl es unterschiedliche Teilchenarten wie beispielsweise inerte Teilchen gibt, existiert das Problem, dass im Allgemeinen inerte Teilchen nur geringe Affinität mit Polyester und unzureichende Abriebfestigkeit aufweisen.

[0004] Um dieses Problem zu lösen, wurden Untersuchungen hinsichtlich der Oberflächenbehandlung durchgeführt. Die JP-A-SHO 63-221.153 und die JP-A-SHO 63-280.763 beispielsweise schlagen Verbesserungen an den Oberflächen von kolloidalen Silicateilchen durch eine Glykolgruppe vor, die JP-A-SHO 63-312.345 schlägt eine Verbesserung an den Oberflächen von kolloidalen Silicateilchen durch einen Haftvermittler und die JP-A-SHO 62-235.353 eine Oberflächenbehandlung von Calciumcarbonatteilchen durch eine Phosphorverbindung vor.

[0005] Wenn jedoch solche herkömmlichen Verfahren auch angewandt werden, so neigen Teilchen doch dazu, abzufallen, wenn der geformte Körper Kontaktlauf und Reibung ausgesetzt wird, beispielsweise bei Verwendung eines Magnetbandes. Daher wurde jüngst der Einsatz von bestimmten Teilchen vorgeschlagen. Insbesondere wurde vorgeschlagen, dass Aluminiumoxidteilchen einen großen Vorteil hinsichtlich der Steigerung der Abriebfestigkeit aufweisen, beispielsweise in der JP-HEI 2-129.230 (Aluminiumoxidteilchen vom Deltatyp), in der JP-A-HEI 2-38.444 (Aluminiumoxidteilchen) und in der JP-A-HEI 3-43.447 (Aluminiumoxidteilchen), die aus Teilchen vom ρ -, η -, γ -, χ -, κ -, δ - oder θ -Typ ausgewählt werden können und zusätzlich eine Schwefelverbindung enthalten.

[0006] Wenn jedoch solche Verfahren auch angewandt werden, so sind die Abriebfestigkeit und die Kratzfestigkeit des Films doch unzureichend, wenn er mit einem Führungsstift in Kontakt kommt und bei hoher Geschwindigkeit wiederholt abläuft.

[0007] Die Erfinder fanden heraus, dass die Abriebfestigkeit und Kratzfestigkeit eines Polyesterfilms von der Art der im Polyesterfilm vorhandenen Teilchen abhängt.

[0008] Die gleichzeitig anhängige Patentanmeldung EP-A-0.577.846 der Erfinder offenbart insbesondere eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung, umfassend einen thermoplastischen Polyester (A), hergestellt aus einer Säurekomponente, die hauptsächlich eine aromatische Dicarbonsäure enthält, und einer Glykolkomponente, die hauptsächlich ein aliphatisches Glykol enthält, und Aluminiumoxidteilchen vom θ -Typ (B)(siehe Anspruch 1).

[0009] Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist, den zuvor genannten Nachteilen herkömmlicher Verfahren beizukommen und eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung bereitzustellen, die ausgezeichnete Eigenschaften hinsichtlich der Gleitfähigkeit, der Abriebfestigkeit und der Kratzfestigkeit aufweist, insbesondere eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung, aus der Filme und Fasern mit ausgezeichneter Abriebfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit hergestellt werden können.

[0010] Das Ziel der vorliegenden Erfindung wird mit einer thermoplastischen Polyesterzusammensetzung erreicht, die einen Aspekt der bestimmten Offenbarungen der EP-A-0.577.846, wie zuvor genannt, darstellt und die die folgende Beschaffenheit aufweist: eine thermoplastische Polyesterzusammensetzung, umfassend einen thermoplastischen Polyester (A), hergestellt aus einer Säurekomponente, die hauptsächlich eine aromatische Dicarbonsäure enthält, und ein partikuläres Gemisch aus zwei oder mehreren Aluminiumoxidkomponenten, die sich voneinander durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, wobei einer dieser Kristallstrukturtypen der

θ-Typ ist.

[0011] Die in der vorliegenden Erfindung eingesetzten Aluminiumoxidteilchen sind gemischte Aluminiumoxidteilchen vom θ-Typ (B), worin eine Komponente der Teilchen ein Aluminiumoxid vom θ-Typ ist, oder einfach ein Gemisch (C) aus zwei oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen, die sich voneinander durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, wobei ein Typ der θ-Typ ist.

[0012] Das Gemisch (C) von zwei oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen, die sich voneinander durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, bedeutet ein Gemisch des θ-Typs mit beispielsweise bekannten Aluminiumoxidteilchen vom α-Typ, aktivierte Aluminiumoxidteilchen vom γ-Typ, δ-Typ, η-Typ, κ-Typ und χ-Typ und amorphen Aluminiumoxidteilchen.

[0013] Es gibt verschiedene Verfahren zum Synthetisieren der Teilchen mit den zuvor beschriebenen Kristallstrukturen. Es ist beispielsweise möglich, Aluminiumoxidteilchen vom δ-Typ durch Blasen von Wasserstoff und Sauerstoff in Aluminiumchlorid und durch Hydrolysieren in einer Gasphase zu synthetisieren, amorphe Aluminiumoxidteilchen durch Blasen von Dampf in Aluminiumoxid und Hydrolysieren in einer Gasphase zu synthetisieren, Aluminiumoxidteilchen vom γ-Typ durch thermische Zersetzung eines Alauns, Aluminiumoxidteilchen vom θ-Typ, γ-Typ und δ-Typ durch thermische Zersetzung eines Alauns nach Neutralisieren in einem Carbonat, Aluminiumoxidteilchen vom θ-Typ und γ-Typ durch Calcinieren eines Aluminiumhydroxids, hergestellt durch Hydrolyse eines Aluminiumalkoxids, und Aluminiumoxidteilchen vom η-Typ, θ-Typ und γ-Typ durch Calcinieren eines Aluminiumhydroxids, hergestellt durch Funkenentladung von Aluminiummetallpellets in Wasser, zu synthetisieren. Weiters können Aluminiumoxidteilchen vom α-Typ jedenfalls erhalten werden, wenn solche synthetisierten aktivierte Aluminiumoxidteilchen bei einer hohen Temperatur von nicht weniger als 1.300°C calcinert werden. Die Aluminiumteilchen vom α-Typ können nicht nur durch solch ein Verfahren synthetisiert werden, sondern auch durch ein Verfahren, das üblicherweise als "Bayer-Verfahren" bezeichnet wird.

[0014] Es ist notwendig, ein Syntheseverfahren auszuwählen und die Calcinierungstemperatur und -zeit so festzusetzen, dass solche Kristallstrukturen bestimmt werden. In der vorliegenden Erfindung ist es auch sehr wichtig, durch welches Syntheseverfahren ausgewählte Teilchen hergestellt werden.

[0015] Zwei oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen, die sich durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, ausgewählt aus aktivierte Aluminiumoxidteilchen, die durch Calcinieren eines Aluminiumhydroxids, hergestellt durch Hydrolyse eines Aluminiumalkoxids, synthetisiert wurden, oder aus Aluminiumoxidteilchen vom α-Typ, die bei einer höheren Temperatur calcinert wurden, können aus den folgenden Gründen bevorzugt sein.

[0016] Genauer wird ein Mischtyp aus dem θ-Typ und anderen Kristallstrukturtypen eingesetzt. Als Mischtyp können θ-Typ und α-Typ, θ-Typ und δ-Typ, θ-Typ und γ-Typ, θ-Typ und η-Typ, θ-Typ und δ-Typ und η-Typ, θ-Typ und δ-Typ und α-Typ, θ-Typ und δ-Typ und η-Typ, θ-Typ und γ-Typ und α-Typ, θ-Typ und γ-Typ und η-Typ, und θ-Typ und η-Typ und α-Typ eingesetzt werden. Unter diesen Typen sind θ-Typ und δ-Typ, θ-Typ und γ-Typ, θ-Typ und α-Typ, θ-Typ und δ-Typ und α-Typ, und θ-Typ und γ-Typ und α-Typ bevorzugt.

[0017] Weiters ist ein Mischsystem von zwei oder mehreren Komponenten, wie θ-Typ und δ-Typ, θ-Typ und γ-Typ, θ-Typ und α-Typ, θ-Typ und δ-Typ und α-Typ, und θ-Typ und γ-Typ und α-Typ, bevorzugt.

[0018] Abgesehen von den zuvor genannten sind Aluminiumoxidteilchen vom θ-Typ vorhanden, und ein Gemisch aus vier oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen, die sich voneinander durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, ist im Konzept eines Gemisches von zwei oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen, die sich voneinander durch ihre Kristallstruktur unterscheiden, gemäß der vorliegenden Erfindung enthalten.

[0019] In einem Gemisch von zwei oder mehr Arten an Aluminiumoxidteilchen liegt das Mischungsverhältnis nach Gewicht der Aluminiumoxidteilchen vom θ-Typ zum Gesamtgewicht der Aluminiumoxidteilchen vorzugsweise bei mehr als 0,3, noch bevorzugter mehr als 0,5.

[0020] Der Primärteilchendurchmesser der zuvor beschriebenen Aluminiumoxidteilchen ist vorzugsweise so beschaffen, dass er eine spezifische Oberfläche von nicht weniger als 10 m²/g, noch bevorzugter von nicht weniger als 50 m²/g, und nicht mehr als 600 m²/g, besonders bevorzugt von nicht mehr als 200 m²/g, bereitstellt.

[0021] Der Primärteilchendurchmesser der Teilchen beläuft sich vorzugsweise auf nicht weniger als 3 nm und nicht mehr als 200 nm, noch bevorzugter auf nicht weniger als 5 nm und nicht mehr als 100 nm. Der Primärteilchendurchmesser der Teilchen wird von der spezifischen Oberfläche ausgehend berechnet, wie später in

Punkt (1) der Teilcheneigenschaften noch näher beschrieben wird.

[0022] Eine bevorzugte Teilchenform ist nicht kugelförmig, sondern nadelförmig oder plattenförmig; in anderen Worten ist die Form eines Primärteilchens nicht isometrisch.

[0023] Solch eine Teilchenform kann mittels eines Transmissionselektronenmikroskops erkannt werden. Wenn nämlich ein diese Teilchen enthaltendes Polymer zu einer sehr dünnen Probe entlang einer geeigneten Richtung geschnitten und diese Probe mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet wird, dann werden beispielsweise im Falle von kugelförmigen Teilchen alle Teilchen als solche mit derselben Form beobachtet, wobei im Falle von beispielsweise plattenförmigen Teilchen, da diese Teilchen nach dem Zufallsprinzip ausgerichtet sind, die Beobachtung unter Bedingungen durchgeführt wird, die es ermöglichen, ein einzelnes Teilchen aus verschiedenen Richtungen zu beobachten, und folglich werden die Teilchen in einer dieser möglichen Richtungen als ein Gemisch aus plattenförmigen, stäbchenförmigen usw. Teilchen beobachtet. Da her kann die Form der Teilchen durch dieses Verfahren bestimmt werden. Dem ähnlich werden im Falle von nadelförmigen Teilchen die Teilchen in einer der möglichen Richtungen als ein Teilchengemisch aus nadelförmigen und kugelförmigen Teilchen (wenn sie in Achsenrichtung beobachtet werden) beobachtet, wodurch die Form der Teilchen bestimmt werden kann.

[0024] Die Definition von "nadelförmig" und "plattenförmig" gemäß der vorliegenden Erfindung wird nun im Detail unter Verweis auf die [Fig. 1A–Fig. 1D](#) der Zeichnungen beschrieben.

[0025] Ein Kreis, der eine Längsausdehnung eines Primärteilchens umschreibt, das mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet wird, wird so gezeichnet, dass sein Durchmesser ein Minimum ist, und der Durchmesser des umschreibenden Kreises wird als " l_1 ," bezeichnet. Ein in Querausdehnung des Primärteilchens eingeschriebener Kreis ist ein Maximum, und der Durchmesser des eingeschriebenen Kreises wird als " l_2 ," bezeichnet.

[0026] Das nadelförmige oder plattenförmige Teilchen gemäß der vorliegenden Erfindung bezeichnet ein Teilchen mit einem Verhältnis von l_1/l_2 von nicht weniger als 2, vorzugsweise von nicht weniger als 2 und nicht mehr als 20, noch bevorzugter von nicht weniger als 2 und nicht mehr als 10.

[0027] Beispiele für diese Beziehung zwischen l_1 und l_2 werden in den [Fig. 1A](#), [Fig. 1B](#), [Fig. 1C](#) und [Fig. 1D](#) veranschaulicht. In den Fig. werden die Kreise **2a**, **2b**, **2c** und **2d**, die die jeweiligen Primärteilchen **1a**, **1b**, **1c** und **1d** umschreiben, so dargestellt, dass jeder Durchmesser ein Minimum ist, die Kreise **3a**, **3b**, **3c** und **3d**, die in die jeweiligen Primärteilchen **1a**, **1b**, **1c** und **1d** eingeschrieben sind, werden so dargestellt, dass jeder Durchmesser ein Maximum ist, und die Verhältnisse der Durchmesser der umschreibenden Kreise und der eingeschriebenen Kreise werden als jeweils l_1/l_2 bestimmt.

[0028] Die nadelförmigen oder plattenförmigen Teilchen, die in einer Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden, können selektiv durch ein zuvor genanntes Verfahren zum Calcinieren eines Aluminiumhydroxids, hergestellt aus einem Aluminiumalkoxid durch Hydrolyse, erhalten werden.

[0029] Solche Feinteilchen neigen jedoch dazu, zu agglomerieren, und im Allgemeinen sind die Teilchen in einer Aufschlämmung oder in Polymerform als sekundäre, d. h. als agglomerierte Primärteilchen, vorhanden. Wenn sich solch eine Agglomeration weiterbildet, werden übermäßig große Teilchen je nachdem gebildet, und wenn diese für Filme oder Fasern eingesetzt werden, so sind die solche agglomerierten Teilchen enthaltenden Abschnitte abgeschlagen, und die abgeschlagenen Abschnitte fallen heraus. Dies ist nicht wünschenswert.

[0030] Der Durchmesser der Sekundärteilchen kann je nach Zweck eines geformten Produkts, das aus der thermoplastischen Polyesterzusammensetzung hergestellt wird, frei ausgewählt werden. Werden sie für Filme oder Fasern eingesetzt und sind die sekundären Teilchendurchmesser zu groß, so werden übermäßig große Vorsprünge am geformten Produkt erzeugt.

[0031] Daher beläuft sich der Durchmesser der Sekundärteilchen vorzugsweise auf nicht mehr als 1,0 μm , noch bevorzugter auf nicht mehr als 0,6 μm . Darüber hinaus ist er vorzugsweise nicht geringer als 0,01 μm .

[0032] Der Durchmesser der Sekundärteilchen wird wie folgt definiert. Werden sie zu einem biaxial verstreichten Film gebildet, so wird das Innere des Films durch ein Transmissionselektronenmikroskop beobachtet. Bei dieser Beobachtung werden die Längen L (μm) von 500–1.000 Sekundärteilchen in einer zur Filmoberfläche parallelen Richtung gemessen, und der zahlenmittlere Durchmesser L_{av} (μm) der Längen wird als der Durch-

messer der Sekundärteilchen definiert.

[0033] Obwohl solch ein Durchmesser der Sekundärteilchen eine Teilchengrößeverteilung in einem biaxial verstreichten Film aufweist, wenn der Wert für L als eine zahlenmittlere Verteilung des Teilchendurchmessers festgelegt ist, so beläuft sich der Anteil der Sekundärteilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm vorzugsweise doch auf nicht weniger als 20% und nicht mehr als 60%. Wenn die Längen weiters in einer senkrechten Richtung auf die Filmoberfläche solcher Sekundärteilchen ausgerichtet und als D (μm) dargestellt sind, liegen sie vorzugsweise im Bereich der folgenden Gleichung:

$$0,05 \leq D/L \leq 0,6.$$

[0034] Das Sekundärteilchen enthält vorzugsweise zumindest ein zuvor erwähntes nadelförmiges oder plattenförmiges Primärteilchen. Wenn die Sekundärteilchen mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet werden, so ist der Anteil der agglomerierten Teilchen, die jeweils zumindest ein nadelförmiges oder plattenförmiges Primärteilchen enthalten, vorzugsweise nicht geringer als 50% in Bezug auf die Gesamtanzahl agglomerierter Teilchen, und noch bevorzugter nicht geringer als 70%.

[0035] Werden sie zu einem Film gebildet, so können geringfügige Vorsprünge ausgehend von diesen Aluminiumoxidteilchen auf der Filmoberfläche durch solch eine Ausbildung und Verteilung der Sekundärteilchen, die durch Agglomerate von Primärteilchen gebildet werden, entstehen.

[0036] Hinsichtlich der Vorsprünge an der zuvor gebildeten Filmoberfläche ist die Anzahl an Vorsprüngen mit einer Höhe von 10–60 nm vorzugsweise nicht geringer als 500.000/mm² und nicht höher als 5.000.000/mm², noch bevorzugter nicht geringer als 700.000/mm² und nicht höher als 2.000.000/mm².

[0037] Solche geringfügigen Vorsprünge bestehen zwischen großen Vorsprüngen, die von ebenfalls vorhandenen, inerten Teilchen, die nachstehend beschrieben werden, ausgehen, und schützen die Oberfläche des Films, wodurch die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit erhöht wird.

[0038] Der Gehalt an Aluminiumoxidteilchen kann je nach beabsichtigtem Zweck eines Produkts, das aus der thermoplastischen Polyesterzusammensetzung gebildet wird, ausgewählt werden. Da jedoch die Aluminiumoxidteilchen notwendig sind, um die Abrieb- und Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit zu erhöhen, können solche Vorteile jedoch nicht erzielt werden, wenn der Gehalt zu gering ist. Ist der Gehalt zu hoch, so sind an der Oberfläche eines zu bildenden Produkts übermäßig viele Vorsprünge vorhanden. Daher liegt der Gesamtgehalt der Aluminiumoxidteilchen vorzugsweise im Bereich von 0,01–10 Gewichtsteilen, bezogen auf 100 Gewichtsteile der thermoplastischen Polyesterzusammensetzung, noch bevorzugter im Bereich von 0,05–1 Gewichtsteilen.

[0039] Die Aluminiumoxidteilchen können dem Polyester durch Inkorporation in ein Polyesterreaktionssystem oder durch Einmischen in ein geschmolzenes Polymer zugesetzt werden.

[0040] Das erste Verfahren wird hinsichtlich der Verteilung der Teilchen bevorzugt. Zur Zugabe von Aluminiumoxidteilchen mit zwei oder mehr Arten an Kristallstrukturen können die jeweiligen Aluminiumoxidteilchen getrennt oder zugleich zugesetzt werden. Ein Verfahren zum gleichzeitigen Zusetzen von zwei oder mehr Arten an Teilchen als Gemisch wird hinsichtlich der Verteilung der Teilchen bevorzugt.

[0041] Obwohl der Zeitpunkt des Zusatzes der Teilchen nicht besonders eingeschränkt ist, wird ein Zusatz vor der Umesterung oder in der Zeitspanne vor der Umesterung bis zur letzteren Hälfte der Kondensationspolymerisation bevorzugt.

[0042] Weiters werden die Teilchen vorzugsweise unter Bedingungen zugesetzt, unter denen der Polymerisationsgrad des Polyesters so beschaffen ist, dass dessen Grenzviskosität, die durch Lösen des Polyesters in o-Chlorphenol bei 25°C bestimmt wird, nicht über 0,30 liegt.

[0043] In Bezug auf die Form, die die Teilchen annehmen, wenn sie dem Reaktionssystem zugesetzt werden, können die Aluminiumoxidteilchen so wie sie sind oder alternativ dazu in Form einer Aufschämmung zugesetzt werden. Die Bildung einer Aufschämmung, wobei die Teilchen in Gegenwart eines Lösungsmittels dispergiert werden, ist noch bevorzugter.

[0044] Werden die Teilchen in Gegenwart eines Lösungsmittels feucht dispergiert, liegt der Gehalt der Alumi-

numoxidteilchen vorzugsweise im Bereich von 1–50 Gew.-%, noch bevorzugter im Bereich von 3–30 Gew.-%, da die Viskosität zunimmt. Obwohl das Lösungsmittel solch einer Dispersion nicht besonders eingeschränkt ist, ist es hinsichtlich der Tatsache, dass die die Teilchen enthaltende Aufschlämmung danach dem Polyester zugesetzt wird, vorzugsweise eine Glykolkomponente wie ein Hauptrohmaterial oder eine copolymerisierte Komponente des Polyesters. Insbesondere können beispielsweise Ethylenglykol, Tetramethylenglykol, Hexamethylenglykol, Diethylenglykol, Propylenglykol, Butandiol, Neopentylglykol, Polyoxyalkylenglykol, p-Xylylen-glykol, 1,4-Cyclohexandimethanol oder 5-Natriumsulforesorcin eingesetzt werden. Als Dispergierbehandlung können gewöhnliches Schütteln, Ultraschallbehandlung oder eine Dispergierbehandlung mittels eines Dispergiermediums eingesetzt werden. Unter diesen Behandlungen wird eine Dispergierbehandlung unter Verwendung eines Dispergiermediums, verkörpert durch eine Behandlungsart, die einen Sandschleifer einsetzt, bevorzugt.

[0045] Bei der Behandlung können ein Dispergiermittel oder ein Oberflächenbehandlungsmittel, sofern erforderlich, gemeinsam eingesetzt werden. Obwohl es zahlreiche Arten von Dispergiermitteln oder Oberflächenbehandlungsmitteln gibt, die eingesetzt werden können, wird ein Mittel, das eine gute Affinität zum Polyester aufweist, wenn es dem Polyester zugesetzt wird, bevorzugt. Genauer wird eine Verbindung, die eine säurefunktionelle Gruppe wie eine Sulfonsäure, eine Phosphonsäure oder eine Carbonsäure oder Metallsalze davon und zumindest eine funktionelle Gruppe aus der aus einer Carbonsäure, einem Carbonsäureester, einer Hydroxygruppe und einer Epoxygruppe bestehenden Gruppe aufweist, bevorzugt. Verbindungen, die solche Gruppen enthalten und die eingesetzt werden können, sind niedermolekulare Verbindungen, wie z. B. Sulfo-benzoesäure, Sulfo-benzoesäureethylenglykolester oder 5-Natriumsulfoisophthalsäuremethylester, oder polymere Verbindungen, wie z. B. Polyacrylsäure, Poly(acrylsäure/acrylsäuremethylester)copolymer, Poly(acrylsäure/methacrylsäuremethylester)copolymer oder Poly(acrylsäure/methacrylsäurepolyethylenglykolester)copolymer. Die Verbindung ist jedoch nicht auf diese Verbindungen beschränkt.

[0046] Die aromatischen Dicarbonsäureeinheiten in einem Polyester der erfindungsgemäßen Zusammensetzung können von beispielsweise Terephthalsäure, Isophthalsäure, Naphthalin-2,6-dicarbonsäure oder 5-Natriumsulfoisophthalsäure abgeleitet werden. Die aliphatischen Glykoleinheiten in einem Polyester einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung können von beispielsweise Ethylenglykol, Diethylenglykol, Propylenglykol, Butandiol, Tetramethylenglykol, Hexamethylenglykol, Neopentylglykol oder Polyoxyalkylenglykol abgeleitet werden. Als die thermoplastischen Polyester, umfassend die aromatische Dicarbonsäure und das aliphatische Glykol, können Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat oder Polyethylen-2,6-naphthalat beispielsweise eingesetzt werden. Der Polyester kann ein Homopolyester oder ein Copolyester sein, der eine copolymerisierte Komponente enthält. Als copolymerisierte Komponente kann eine Dicarbonsäurekomponente wie Adipinsäure, Sebacinsäure, Phthalsäure, Isophthalsäure und Naphthalin-2,6-dicarbonsäure, 5-Natriumsulfoisophthalsäure, Polycarbonsäure wie Trimellithsäure und Pyromellithsäure und eine Diolkomponente wie Tetramethylenglykol, Hexamethylenglykol, Diethylenglykol, Propylenglykol, Neopentylglykol, Polyoxyalkylenglykol, p-Xylylen-glykol, 1,4-Cyclohexandimethanol und 5-Natriumsulforesorcin eingesetzt werden.

[0047] Der Polymerisationsgrad solch einer thermoplastischen Polyesterzusammensetzung ist vorzugsweise so beschaffen, dass er eine Grenzviskosität $[\eta]$ von 0,30, bestimmt durch Lösen der Zusammensetzung in o-Chlorphenol, verleiht. Die Konzentration der Carboxy-Endgruppen im thermoplastischen Polyester liegt vorzugsweise im Bereich von 20–100 eq/t, noch bevorzugter im Bereich von 20–70 eq/t. Sofern erforderlich, kann ein Antioxidans zugesetzt werden.

[0048] In der erfindungsgemäßen Polyesterzusammensetzung sind vorzugsweise inerte Teilchen, die keine Aluminiumoxidteilchen sind, zusätzlich vorhanden, um die Abrieb- und Kratzfestigkeit der Zusammensetzung, wenn sie zu einem Film geformt wird, noch weiter zu steigern.

[0049] "Inertes Teilchen" umfasst sowohl ein anorganisches Teilchen als auch ein organisches Teilchen. Der Durchmesser des Primärteilchens der inerten Teilchen ist vorzugsweise größer als jener der Aluminiumoxidteilchen, und der bevorzugte Teilchendurchmesser beläuft sich auf nicht weniger als 200 nm und nicht mehr als 2.000 nm.

[0050] Als spezifische Beispiele für die inerten Teilchen können anorganische Oxidteilchen wie z. B. Titanoxid-, Siliciumoxid- und Zirconiumoxidteilchen, anorganische Carbonatteilchen wie z. B. Calciumcarbonat- und Bariumcarbonatteilchen, anorganische Phosphatteilchen wie z. B. Calciumphosphat- und Natriumphosphatteilchen, anorganische Sulfatteilchen wie z. B. Bariumsulfat- und Calciumsulfatteilchen, anorganische zusammengesetzte Oxidteilchen wie Kaolin und Talk, Fluoridteilchen wie Fluorit und gewöhnliche anorganische Teilchen wie Kaliumtitanat und Aluminiumhydridteilchen aufgelistet werden. Unter diesen Teilchen werden Titan-

oxid-, Siliciumoxid-, Calciumcarbonat- und Calciumphosphatteilchen besonders bevorzugt.

[0051] Hinsichtlich der inerten Teilchen wird bevorzugt, dass die Teilchen mit einem Durchmesser von nicht weniger als 5 µm nicht innerhalb der Teilchendurchmesserverteilung enthalten sind, um das Entstehen von übermäßig großen Vorsprüngen zu vermeiden. Um die Teilchen zu erhalten, die solch eine Teilchendurchmesserverteilung aufweisen, ist es wirksam, agglomerierte Teilchen durch Dispergierbehandlung, wie z. B. durch eine Behandlung unter Einsatz einer Sandmühle, zu pulvrisieren oder die agglomerierten Teilchen und übermäßig große Teilchen durch Klassierung zu entfernen. Die Größe der Teilchen wird vorzugsweise zum Zeitpunkt der Synthese der Teilchen gleichförmig gestaltet.

[0052] Insbesondere kann ein Verfahren zur Gewinnung von Calciumcarbonatteilchen vom Calcittyp mit einem relativ gleichförmigen Teilchendurchmesser durch Einblasen eines Kohlenstoffdioxidgases in eine wässrige Lösung von Calciumhydrid und durch Entfernen von übermäßig großen Teilchen, die in geringer Menge zurückbleiben, durch Dispergieren und Klassieren oder ein Verfahren zur Gewinnung von Calciumcarbonatteilchen vom Vaterittyp durch Einblasen eines Kohlenstoffdioxidgases in eine Alkohollösung von Calciumhydrid und Entfernen von übermäßig großen Teilchen, die in einer sehr geringen Menge zurückbleiben, durch Filtration eingesetzt werden.

[0053] Als Beispiele für die inerten organischen Teilchen können interne Teilchen, die als Katalysatorrückstand zum Zeitpunkt der Polyester synthese entstehen, niedermolekulare organische Verbundteilchen wie Calciumterephthalat, Bariumterephthalat und Natriumbenzoatteilchen, Ruß und organische Polymerteilchen wie Polytetrafluorethanharz, Polystyrolharz, Siliconharz und vernetzte polymere Harzteilchen aufgelistet werden. Unter diesen Teilchen werden interne Teilchen und vernetzte polymere Harzteilchen bevorzugt, und insbesondere werden organische polymere Harzteilchen bevorzugt. Insbesondere kann ein Copolymer, das aus einer Monovinylverbindung (X) mit einer einzelnen aliphatischen ungesättigten Bindung pro Molekül und einer Verbindung (Y) mit zwei oder mehr aliphatischen ungesättigten Bindungen pro Molekül als Vernetzer zusammengesetzt ist oder einer Verbindung, die nur aus dem letzterem Vernetzer (Y) zusammengesetzt ist, eingesetzt werden.

[0054] Als Beispiele für die Verbindung (X) können eine aromatische Monovinylverbindung wie z. B. Styrol, α-Methylstyrol, Fluorstyrol oder Vinylpyridin, eine Vinylcyanidverbindung wie z. B. Acrylnitril oder Methacrylnitril, ein Acrylatestermonomer wie z. B. Butylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, Methylacrylat, 2-Hydroxyethylacrylat, Glycidylacrylat oder N,N'-Dimethylaminoethylacrylat, ein Methacrylatestermonomer wie z. B. Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Methylmethacrylat, 2-Hydroxyethylmethacrylat, Glycidylmethacrylat oder N,N'-Dimethylaminoethylmethacrylat, ein Monomer oder Dicarbonsäure und ein Säureanhydrid von einer Dicarbonsäure wie z. B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Maleinsäure oder Itaconsäure oder ein Amidmonomer wie z. B. Acrylamid oder Methacrylamid aufgelistet werden. Unter diesen Verbindungen sind Styrol, α-Methylstyrol und p-Methylstyrol bevorzugt.

[0055] Als Beispiele für die Verbindung (Y) können Divinylbenzol oder Trimethylolpropantriacrylat oder Trimethylolpropantrimethacrylat oder ein polyfunktionales Acrylat oder Methacrylat, wie z. B. Polyethylenglykoldimethacrylat, Polyethylenglykoldimethacrylat, 1,3-Butylenglykoldiacrylat, 1,3-Butylenglykoldimethacrylat, Trimethylolpropantriacrylat oder Trimethylolpropantrimethacrylat aufgelistet werden.

[0056] Unter den zuvor beschriebenen Verbindungen werden insbesondere Divinylbenzol, Butylacrylat, Ethylenglykoldimethacrylat oder Trimethylolpropantrimethacrylat vorzugsweise eingesetzt. Zwei oder mehrere Verbindungen (X) und (Y) können als ein Gemisch eingesetzt werden.

[0057] Als Beispiele für die bevorzugte Zusammensetzung der organischen Polymerteilchen können vernetzte Polymerteilchen nur unter Verwendung von Divinylbenzol und vernetzte Polymerteilchen unter Verwendung von Styrol-Divinylbenzol-Copolymer, Styrol-Acrylnitril-Divinylbenzol-Copolymer, Styrol-Methylmethacrylat-Divinylbenzol-Copolymer oder Butylacrylat-Divinylbenzol-Copolymer eingesetzt werden. Unter diesen Verbindungen werden hinsichtlich der Wärmebeständigkeit vernetzte Polymerteilchen unter Verwendung von Divinylbenzol, Styrol-Divinylbenzol-Copolymer oder Butylacrylat-Divinylbenzol-Copolymer bevorzugt.

[0058] Die Wärmebeständigkeit der vernetzten Polymerteilchen ist vorzugsweise nicht geringer als 380°C, sofern er mittels der thermischen Zersetzungstemperatur, gemessen durch eine Thermowaage (Temperatur bei 10% Verlust), bestimmt wird, noch bevorzugter nicht geringer als 400°C, und besonders bevorzugt nicht geringer als 410°C. Teilchen mit solch einer hohen Wärmebeständigkeit agglomerieren nicht, wenn die Polyesterzusammensetzung produziert oder geschmolzen erzeugt und geformt wird oder wenn ein geformtes Pro-

dukt wiederaufbereitet wird, sodass die Gleichförmigkeit der Oberfläche des Produkts und die Abriebfestigkeit des Produkts sich dabei nicht verschlechtern, weshalb solch ein Zustand bevorzugt wird. Um solch einer Wärmebeständigkeit gerecht zu werden, muss eine hohe Vernetzung durch einen Vernetzer der Verbindung (Y) erreicht werden. Obwohl die Art des Vernetzers nicht besonders eingeschränkt ist, wird Divinylbenzol bevorzugt. Der Gehalt von Divinylbenzol, bezogen auf die gesamte Monomerkomponente, die die vernetzten Polymerteilchen darstellt, darf nicht geringer als 12 Gew.-% reines Divinylbenzol, vorzugsweise nicht geringer als 35 Gew.-%, noch bevorzugter nicht geringer als 55 Gew.-%, sein.

[0059] Zur Erreichung der Eigenschaften guter Gleitfähigkeit, Gleichförmigkeit der Oberfläche und Transparenz weisen die vernetzten Polymerteilchen vorzugsweise eine Kugelform und eine gleichförmige Teilchengrößeverteilung auf. Der Volumenformfaktor liegt nämlich vorzugsweise im Bereich von 0,35–0,52 und beläuft sich noch bevorzugter auf nicht weniger als 0,45.

[0060] Der Volumenformfaktor ist wie folgt definiert.

[0061] Sehr dünne Proben mit einer Dicke von etwa 0,3 µm werden aus einem biaxial orientierten Film hergestellt, der unter Einsatz einer erfindungsgemäßen Polymerzusammensetzung an den jeweiligen Querschnitten in Längs- und Querrichtung mittels einer Vorrichtung zur Herstellung eines sehr dünnen Films erzeugt wurde. Anschließend werden die jeweiligen Proben mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet, und zahlenmittlere Durchmesser der beobachteten Teilchen werden in Längs-, Querrichtung und Richtung der Dicke bestimmt (die jeweiligen Durchmesser werden als "a", "b" und "c" angegeben). Das Volumen des Teilchens (V) wird durch die folgende Gleichung (2) definiert, und der Maximaldurchmesser des Teilchens in der Projektionsebene (D) wird durch die folgende Gleichung (3) definiert.

$$V = (4/3 \pi) abc \quad (2)$$

$$D = \max (a, b, c) \quad (3)$$

[0062] Der Volumenformfaktor "f" wird aus den Werten für "V" und "D" berechnet, die aus den Gleichungen (2) und (3) durch die folgende Gleichung (1) bestimmt werden.

$$f = V/D^3 \quad (1)$$

[0063] Vernetzte Polymerteilchen können mittels bekannter Verfahren eingesetzt werden. Als bekannte Verfahren können beispielsweise die folgenden Verfahren, die Emulsionspolymerisation einbinden, genannt werden:

- (1) seifenfreies Polymerisationsverfahren: d. h. ein Verfahren zur Polymerisation ohne Emulgator oder unter Einsatz einer sehr geringen Menge eines Emulgators;
- (2) Impfpolymerisationsverfahren zum Zusatz von Polymerteilchen in ein Polymerisationssystem vor der Emulsionspolymerisation und zur anschließenden Emulsionspolymerisation;
- (3) Hüllen-Kern-Polymerisationsverfahren zur Emulsionspolymerisation eines Teils einer Monomerkomponente und zur Polymerisation des im Polymerisationssystem verbleibenden Monomers;
- (4) Polymerisationsverfahren, durchgeführt durch das "Ugelstad"-Verfahren, das in der JP-A-SHO 54-97.582 und der JP-A-SHO 54-126.288 offenbart ist; und
- (5) Polymerisationsverfahren, das wie zuvor in (4), jedoch ohne Quellmittel, durchgeführt wird.

[0064] Von den zuvor genannten Verfahren werden insbesondere die Verfahren (3) und (4) bevorzugt, da kugelförmige vernetzte Polymerteilchen mit einer gleichförmigen Teilchendurchmesserverteilung mittels dieser Verfahren erhalten werden können.

[0065] Die vernetzten Polymerteilchen weisen in Bezug auf die Affinität zu Polyester vorzugsweise eine funktionelle Gruppe auf.

[0066] Obwohl solch eine funktionelle Gruppe nicht besonders eingeschränkt ist, kann beispielsweise eine Carboxygruppe, Hydroxygruppe, Sulfongruppe, Estergruppe und ein Metallsalz einer Carboxygruppe eingesetzt werden. Unter diesen Gruppen sind Carboxygruppen, Metallsalze von Carboxygruppen und Hydroxygruppen bevorzugt, und Metallsalze von Carboxygruppen sind besonders bevorzugt.

[0067] Obwohl das Verfahren zum Einführen der funktionellen Gruppe nicht besonders eingeschränkt ist, ist ein Verfahren zur Herstellung von Teilchen als Matrix für die hohe Vernetzung als ersten Schritt und zur Einführung der funktionellen Gruppe in die Oberfläche der Matrixteilchen als darauffolgenden Schritt hinsichtlich der Wärmebeständigkeit der Teilchen bevorzugt. Wird beispielsweise ein Natriumsalz einer Carboxygruppe eingeführt, wenn Styrol-Divinylbenzol-Copolymer als Matrixteilchen eingesetzt werden, so werden Teilchen mit einer hohen Vernetzung, die durch das Divinylbenzol bereitgestellt werden, produziert, wonach eine Carboxygruppe in die Oberfläche der Teilchen mittels einer Methacrylsäure eingeführt werden. Eine funktionelle -COO-Na-Gruppe wird anschließend durch Basischstellen des Teilchenproduktionssystems eingeführt.

[0068] Als Verfahren zur Produktion der Zusammensetzung, die sowohl Aluminiumoxidteilchen als auch zuvor erwähnte inerte Teilchen enthält, können ein Verfahren zum Zusatz beider Teilchenarten in ein Polyesterreaktionssystem und ein Verfahren zur Herstellung von Originalplättchen, in dem jedes der Teilchen jedem Polymer zugesetzt wird, die Originalplättchen gemischt werden und das Gemisch geschmolzen und geknetet wird, eingesetzt werden.

[0069] Als Verfahren und für die zeitliche Steuerung der Zugabe der inerten Teilchen kann ein bekanntes Verfahren eingesetzt werden, beispielsweise die Zugabe der Teilchen in ein Reaktionssystem für Polyester in Form eines Pulvers oder einer Glykolaufschlammung oder das Einkneten der Teilchen in den Polyester in Form eines Pulvers oder einer Aufschlammung unter Einsatz eines Lösungsmittels mit niedrigem Siedepunkt. Bei anorganischen inerten Teilchen wird die Zugabe der Teilchen in ein Reaktionssystem für Polyester in Form einer Glykolaufschlammung, die in einem Reaktionssystem eingesetzt wird, bevorzugt, und bei organischen inerten Teilchen wird das Einkneten der Teilchen in den Polyester in Form einer Aufschlammung unter Einsatz eines Lösungsmittels mit einem niedrigen Siedepunkt wie z. B. Wasser oder in Form eines Pulvers bevorzugt. Während des Zusatzes der Teilchen wird darüber hinaus bevorzugt, eine formgebende Vorrichtung vom Entlüftungstyp zur Entgasung zu verwenden. Die Zugabe der organischen inerten Teilchen, beispielsweise der vernetzten Polymerteilchen, wird nun im Detail erläutert.

[0070] Ein Verfahren zur Zugabe einer Aufschlammung aus vernetzten Polymerteilchen mit Wasser und/oder einer organischen Verbindung mit einem Siedepunkt, der nicht über 200°C liegt, zu Polyester in einer formgebenden Vorrichtung vom Entlüftungstyp, zur Entfernung des Wassers und/oder der organischen Verbindung mit einem Siedepunkt von nicht höher als 200°C unter Erhitzen und reduziertem Druck und zum Schmelzkneten wird bevorzugt, da die Teilchen somit in gleichförmigerer Monodispersion verteilt werden können. Die formgebende Vorrichtung vom Entlüftungstyp ist eine Formvorrichtung, die zumindest ein Entlüftungsloch aufweist und die beispielsweise eine Extrusionsformvorrichtung oder eine Spritzgießvorrichtung sein kann. Zumindest ein Entlüftungsloch zum Entfernen des Wassers und/oder der organischen Verbindung mit einem Siedepunkt von nicht höher als 200°C wird vorzugsweise auf reduziertem Druck gehalten. Der reduzierte Druck am Entlüftungsloch wird vorzugsweise auf einem Druck von nicht mehr als 100 Torr, noch bevorzugter auf nicht mehr als 50 Torr, und besonders bevorzugt auf nicht mehr als 30 Torr, gehalten.

[0071] Andererseits werden die vernetzten Polymerteilchen vorzugsweise dem Polyester in Form einer Aufschlammung aus Wasser und/oder einer organischen Verbindung mit einem Siedepunkt von nicht höher als 200°C zugesetzt, wobei ein Alkohol wie Methanol, Ethanol oder Ethylenglykol, eine Kohlenwasserstoffverbindung wie Benzol oder Toluol, ein Ester, ein Keton oder ein Amin eingesetzt werden können. Von diesen Verbindungen ist hinsichtlich des einfachen Umgangs und des einfachen Entfernens Wasser bevorzugt. Natürlich können Wasser und/oder eine organische Verbindung in Form eines Gemisches aus zwei oder mehreren Lösungsmittelarten vorhanden sein, wobei hier ein wasserreiches Lösungsmittel bevorzugt wird.

[0072] In der Aufschlammung vernetzter Polymerteilchen ist hinsichtlich der Teilchendispersion vorzugsweise ein anionisches, grenzflächenaktives Mittel wie Natriumdodecylbenzolsulfonat oder Natriumlaurylsulfat, ein nichtionisches, grenzflächenaktives Mittel wie Polyoxyethylennonilphenylether oder Polyethylenglykolmonostearat oder ein Schutzmittel wie Polyvinylalkohol oder Carboxymethylcellulose vorhanden.

[0073] Weiters, obwohl die Konzentration der Aufschlammung der vernetzten Polymerteilchen mit Wasser und/oder einer organischen Verbindung mit einem Siedepunkt von nicht höher als 200°C nicht besonders eingeschränkt ist, kann der Gehalt an Wasser und/oder der organischen Verbindung mit einem Siedepunkt von nicht höher als 200°C, bezogen auf das Polymer, vorzugsweise im Bereich von nicht weniger als 2 Gew.-% und nicht mehr als 30 Gew.-%, noch bevorzugter im Bereich von nicht weniger als 2 Gew.-% und nicht mehr als 20 Gew.-%, liegen. Solch eine Bedingung wird bevorzugt, da so die Dispersion der Teilchen im Polymer gut ist und die Grenzviskosität des Polymers nicht ansteigt.

[0074] Weiters können zwei oder mehr Arten an inerten Teilchen, die sich voneinander unterscheiden, zusammen eingesetzt werden. Der Gesamtgehalt der inerten Teilchen im Polyester liegt hinsichtlich des Gleichgewichts zwischen Gleitfähigkeit, Abriebfestigkeit und Kratzfestigkeit, wenn sie zu einem Film gebildet werden, vorzugsweise im Bereich von 0,001–20 Gew.-%, noch bevorzugter im Bereich von 0,005–10 Gew.-%, und insbesondere bevorzugt im Bereich von 0,01–5 Gew.-%.

[0075] Im Reaktionssystem, in dem interne Teilchen durch den Katalysatorrückstand eines Metalls oder einer Phosphorverbindung zum Zeitpunkt der Polyestersynthese ausgefällt werden, ermöglicht der Zusatz von Aluminiumoxidteilchen zur Bereitstellung einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung die Bildung von aggregierten Teilchen mit einer zusammengesetzten Konzentration. Das so erhaltene Hauptpolymer, das die zusammengesetzten Teilchen enthält, kann neuerlich mit einem Hauptpolymer, das andere inerte Teilchen enthält, vermischt und schmelzgeknetet werden.

[0076] In der thermoplastischen Polyesterzusammensetzung, die in der vorliegenden Erfindung erhalten wird, liegt der Widerstand des Polyesters, wenn er in geschmolzenem Zustand vorliegt, vorzugsweise im Bereich von 5×10^6 bis $5 \times 10^9 \Omega\text{-cm}$, da das Vermögen zum Gießen unter elektrostatischer Ladung dadurch besser ist. Der Widerstand des Polyesters in geschmolzenem Zustand wird nachstehend bestimmt.

[0077] Der Widerstand wird unter Einsatz einer Schmelzwiderstand-Messvorrichtung, die in [Fig. 2](#) dargestellt ist, gemessen. Der Polyester **8**, dessen Widerstand gemessen werden soll, wird in einen Behälter gegeben, in dem ein Elektrodenpaar **9** eingeführt wird. Der Behälter wird in einen Heizkörper **7** getaucht. Der Polyester **8** wird daraus geschmolzen wiedergewonnen und in N_2 -Gasatmosphäre bei einer Temperatur von 280°C gelagert, und eine Spannung wird ausgehend von einem Gleichstrom-Hochspannungsgenerator **4** angelegt. Der Widerstand wird durch die von einem Ampermeter **5** und einem Voltmeter **6** angegebenen Werte bestimmt, und die Fläche der Elektrode und der Abstand zwischen den Elektroden sind durch folgende Gleichung festgelegt.

$$P = (V \times S)/(I \times D)$$

P: Schmelzwiderstand ($\Omega\text{-cm}$)

V: angelegte Spannung (V)

S: Fläche der Elektrode (cm^2)

I: gemessener Strom (a)

D: Abstand zwischen den Elektroden (cm)

[0078] Der Widerstand des Polyesters in geschmolzenem Zustand hängt von der Art, dem Vorhandensein und der Menge der Metallverbindung ab, die im Laufe der Produktion dem Polyester zugesetzt wird. Im Allgemeinen kann gesagt werden, dass, je größer die Menge des Metalls im geschmolzenen Polyester, das nicht von einer Phosphorverbindung deaktiviert wird, oder je geringer die Menge der Metallverbindung ist, die im Polyester als Teilchen ausgefällt wurde, auch der Schmelzwiderstand tendenziell geringer ist.

[0079] Nun wird die Beziehung zwischen dem Schmelzwiderstand und dem Metall unter Bezugnahme auf Polyethylenterephthalat (PET), das durch Umesterung erhalten wird, erläutert.

[0080] Bei der Umesterung werden üblicherweise Alkaliverbindungen, Erdalkalimetallverbindungen, Zinkverbindungen oder Manganverbindungen als Reaktionskatalysator eingesetzt, und eine Phosphorverbindung wird zu dem Zeitpunkt zugesetzt, zu dem die Reaktion im Wesentlichen vollzogen ist. Mittels dieses Verfahrens wird die Metallverbindung, die als Reaktionskatalysator eingesetzt wird, durch die Phosphorverbindung teilweise deaktiviert. Das so erhaltene Reaktionsprodukt wird in Gegenwart einer Antimonverbindung, einer Titanverbindung oder einer Germaniumverbindung, die als Katalysator für die Kondensationspolymerisation dient, kondensationspolymerisiert, um PET zu erhalten. Üblicherweise wird PET durch solch ein Verfahren produziert, und die Alkalimetallverbindung, die Erdalkalimetallverbindungen, die Zinkverbindung, die Manganverbindung und die Phosphorverbindung beeinflussen hauptsächlich den Schmelzwiderstand. Diese Metallverbindungen oder Phosphorverbindung neigen dazu, die Erzeugung der Teilchen zu verursachen, die im Polyester nicht löslich sind.

[0081] Als Metallverbindungen, die den Schmelzwiderstand von Polyester der vorliegenden Erfindung kontrolliert, kann ein aliphatisches Carboxylat einer Erdalkalimetallverbindung, Zink-, Mangan- oder Alkalimetallverbindung, das während der Produktion des Polyesters zugesetzt wird, oder eine Metallverbindung, die in Glykol, wie Halogenid oder Alkoholat, löslich ist, beispielsweise ein Methylat, Ethylat oder Ethylenglykolat, einge-

setzt werden. Insbesondere Manganacetat, Magnesiumacetat, Calciumacetat, Zinkacetat, Lithiumacetat, Kaliumacetat, Natriumacetat, Magnesiumpropionat, Manganpropionat, Kaliumpropionat, Calciumpropionat, Zinkpropionat, Magnesiumchlorid, Lithiumchlorid, Manganbromid, Magnesiumhydroxid, Manganhydroxid, Calciumhydroxid, Zinkhydroxid, Lithiumhydroxid, Magnesiumglykolat, Calciumglykolat, Lithiummethylat oder Butylkalium können eingesetzt werden. Zwei oder mehr Arten dieser Verbindungen können zusammen eingesetzt werden. Eine Manganverbindung und eine Alkalimetallverbindung sind zur Unterdrückung der Ausfällung von Teilchen besonders zu bevorzugen.

[0082] Bei der Umesterung können diese Metallverbindungen in einer Menge zugesetzt werden, die von der Menge des Katalysators vor der Umesterung abhängt, und sie können nach der Umesterung neuerlich zugesetzt werden. Bei der Veresterung werden Verbindungen vorzugsweise zugesetzt, nachdem das Ausmaß der Veresterungsreaktion vorzugsweise nicht weniger als 90%, noch bevorzugter nicht weniger als 95%, erreicht hat.

[0083] Als Phosphorverbindung kann zumindest eine von Phosphaten, Phosphiten und Estern davon ausgewählt sein und eingesetzt werden. Insbesondere kann ein Phosphat, Monomethylphosphat, Dimethylphosphat, Trimethylphosphat, Tributylphosphat, Phosphit, Trimethylphosphit oder Tributylphosphit eingesetzt werden.

[0084] Die Polyesterzusammensetzung wird üblicherweise in Form einer Folie extrudiert und auf einer Gießtrommel gekühlt, um eine amorphe Folie zu bilden, wonach die Folie gestreckt und thermofixiert wird, um einen biaxial verstreckten Film zu bilden.

[0085] Liegt der Widerstand des Polyesters in geschmolzenem Zustand im Bereich von 5×10^6 bis 5×10^9 $\Omega \cdot \text{cm}$, so können die Kontakteigenschaften zwischen der Folie und der Gießtrommel durch Bereitstellen einer Elektrode zwischen einer Extrusionsdüse und der Gießtrommel zum Kühlen und durch Anlegen einer Hochspannung an die Folie verbessert werden, wodurch die Produktivität erhöht wird. Eine Vielzahl an Polymerarten können in einem Bereich gemischt werden, der die erwünschten Eigenschaften eines geformten Produkts der vorliegenden Erfindung nicht beeinträchtigt, und ein organisches Additiv wie Antioxidantien, Wärmestabilisatoren, Gleitmittel oder UltraviolettabSORPTIONSMittel können in einem allgemein eingesetzten Volumen zugesetzt werden.

[0086] Wird ein Film unter Einsatz des erfindungsgemäßen thermoplastischen Polyesters gebildet, so wird ein Verbundfilm bevorzugt, insbesondere, wenn es sich um einen Film für ein Magnetband handelt, da schmale Vorsprünge mit einer Höhe von 10–60 nm wirksam an der Filmoberfläche durch die zuvor erwähnten, spezifizierten Aluminiumoxidteilchen gebildet werden können, und auch hinsichtlich der Eigenschaft der elektromagnetischen Konvertierung des Bandes wird ein Verbundfilm bevorzugt.

[0087] Die zuvor erwähnte Bezeichnung "Verbundfilm" beschreibt einen Film, der zumindest zwei Schichten in Richtung der Dicke aufweist, und umfasst einen Film mit drei oder mehr Schichten. Weiters umfasst zumindest eine äußerste Schicht vorzugsweise die erfindungsgemäße thermoplastische Polyesterzusammensetzung. Ist die Dicke der Schichtung zu gering, kommen die Aluminiumoxidteilchen zu nahe an die Oberfläche heran und die Teilchen neigen dazu, abzufallen; ist die Dicke der Schichtung andererseits zu groß, ist die Zusammensetzung hinsichtlich einer Verbesserung der Abriebfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit nicht wirksam, da die Menge der Teilchen in Oberflächennähe zu gering ist. Wird die Dicke des laminierten Films also als "t" bezeichnet, so gilt für die Dicke und den Durchmesser der Primärteilchen "D" der Aluminiumoxidteilchen vorzugsweise folgende Beziehungsgleichung:

$$0,1 D \leq t \leq 100 D$$

[0088] Werden zwei oder mehrere Teilchenarten eingesetzt, so wird der mittlere Durchmesser der Primärteilchen der gesamten Menge an Teilchen als "D" bezeichnet, und "D" und die Schichtungsdicke "t" genügen vorzugsweise der zuvor erläuterten Gleichung.

[0089] Nachstehend wird ein Verfahren zur Herstellung solch eines laminierten Films im Detail beschrieben.

[0090] Nachdem Polyesterpellets mit einer vorbestimmten Geschwindigkeit gemischt und getrocknet wurden, werden zuerst die Pellets zum Schmelzen der Pellets und Laminieren der geschmolzenen Polymere in einen Extruder gegeben, die Polymere werden dann durch eine Düse mit einem Schlitz in Form einer Folie extrudiert, und die Folie wird gekühlt und auf einer Gießwalze verfestigt, um einen nicht verstreckten Film zu erhalten. Die

Polymere werden nämlich unter Verwendung von zwei oder mehreren Extrudern und einem Verteiler- oder Feedblock für zwei oder mehrere Schichten (beispielsweise einem Feedblock mit einem rechteckigen Beschichtungsabschnitt) laminiert, eine Folie mit zwei oder mehreren Schichten wird aus einer Düse extrudiert, und die Folie wird gekühlt, um einen nicht verstreckten Film zu erhalten. In diesem Verfahren ist es nützlich, einen statischen Mischer und eine Getriebepumpe auf dem Polymerweg bereitzustellen. Weiters ist es nützlich, die Schmelztemperatur des Extruders, der zum Extrudieren des Polymers der äußersten Schicht eingesetzt wird, auf eine Temperatur einzustellen, die 5–10°C unter der Temperatur der Basisschicht liegt.

[0091] Anschließend wird der nicht verstreckte Film biaxial gestreckt und biaxial ausgerichtet. Als Streckverfahren kann ein schrittweises biaxiales Streckverfahren oder ein gleichzeitiges biaxiales Streckverfahren eingesetzt werden. Besonders bevorzugt ist jedoch ein schrittweises biaxiales Streckverfahren für eine erste Streckung in Längsrichtung, eine darauffolgende Streckung in Querrichtung, ein Aufspalten der Längsstreckung in drei oder mehr Schritte und ein Einstellen der Gesamtängstziehungsverhältnisse auf einen Bereich des 3,5- bis 6,5fachen. Obwohl die Temperatur für die Längsstreckung je nach Art des Polyesters variiert und daher nicht auf eine bestimmte Temperatur festgelegt werden kann, ist es üblicherweise nützlich, die Temperatur des ersten Schritts im Bereich von 50 bis 130°C und die Temperatur der darauf folgenden Schritte höher als die Temperatur des ersten Verfahrensschritts einzustellen. Die Streckgeschwindigkeit in Längsrichtung liegt vorzugsweise im Bereich von 5.000 bis 50.000%/min. Im Allgemeinen wird für die Querstreckung ein Verfahren eingesetzt, das mittels eines Spannrahmens arbeitet. Das Zugverhältnis liegt vorzugsweise im Bereich des 3,0- bis 5,0fachen der Ausgangslänge. Die Streckgeschwindigkeit in Querrichtung liegt vorzugsweise im Bereich von 1.000 bis 20.000%/min, und die Temperatur für diesen Schritt liegt im Bereich von 80 bis 160°C. Anschließend wird der verstreckte Film wärmebehandelt. Die Temperatur zur Wärmebehandlung liegt vorzugsweise im Bereich von 170 bis 220°C, insbesondere im Bereich von 180 bis 200°C, und die Zeit liegt vorzugsweise im Bereich von 0,2 bis 20 Sekunden.

[0092] Ausführungsformen der Erfindung werden nun unter Verweis auf die beiliegenden Zeichnungen und die folgenden Beispiele im Detail beschrieben. In den Zeichnungen sind zu sehen:

[0093] Die [Fig. 1A](#), [Fig. 1B](#), [Fig. 1C](#) und [Fig. 1D](#), die Ansichten von Teilchen sind, in denen die zugehörigen umschreibenden und eingeschriebenen Kreise der jeweiligen Primärteilchen dargestellt sind, von denen die Durchmesserverhältnisse ermittelt werden.

[0094] [Fig. 2](#), die eine schematische Ansicht einer Vorrichtung zur Messung des spezifischen Widerstands einer Polyesterzusammensetzung ist, die in der vorliegenden Erfindung im geschmolzenen Zustand eingesetzt wird.

[0095] Die Verweiszahlen in den Zeichnungen stellen Folgendes dar:

Bezugszeichenliste

1a, 1b, 1c, 1d	Primärteilchen
2a, 2b, 2c, 2d	umschreibender Kreis
3a, 3b, 3c, 3d	eingeschriebener Kreis
4	Gleichstrom-Hochspannungsgenerator
5	Ampermeter
6	Voltmeter
7	Erhitzer
8	Polyester
9	Elektrode

Beispiele

[0096] Die Eigenschaften der erhaltenen Polyesterzusammensetzung werden durch die folgenden Verfahren bestimmt:

A. Eigenschaften der Teilchen

(1) Spezifische Oberfläche (S) und Durchmesser der Primärteilchen der Aluminiumoxidteilchen

[0097] Die spezifische Oberfläche S (m^2/g) wird mittels des üblichen BET-Verfahrens bestimmt. Der Durch-

messer der Primärteilchen "d" (μm) wird durch die folgende Gleichung bestimmt. Wenn zwei oder mehrere Arten von Aluminiumoxidteilchen mit unterschiedlichen spezifischen Oberflächen eingesetzt werden, so wird das gewichtete Mittel der jeweiligen Durchmesser der Primärteilchen, der durch folgende Gleichung bestimmt wird, als der Durchmesser der Primärteilchen definiert.

$$d = 6/(\rho \cdot S)$$

worin S die spezifische Oberfläche (m^2/g) ist und ρ die tatsächliche Dichte (g/cm^3) des Teilchens ist.

(2) Sekundärteilchendurchmesser (Lav) der Aluminiumoxidteilchen

[0098] Aluminiumoxidteilchen sind innerhalb eines Polyesters vorhanden, und nachdem der Polyester als ein biaxial verstreckter Film gebildet wurde, wird eine sehr dünne Probe aus dem Film in senkrechter Richtung auf die Richtung der Dicke geschnitten ($0,2 \mu\text{m}$ in Richtung der Dicke), und die Probe wird durch ein Transmissionselektronenmikroskop beobachtet. Die Vergrößerung wird auf 40.000 eingestellt, die Sekundärteilchen, 500–1.000 an der Zahl, werden beobachtet, und die Länge L (μm) in einer zur Filmoberfläche parallel ausgelegten Richtung und die Länge D (μm) in einer senkrecht zur Filmoberfläche ausgelegten Richtung werden jeweils gemessen. Der Sekundärteilchendurchmesser wird als "L" bezeichnet, und der mittlere Sekundärteilchendurchmesser ist ein zahlenmittlerer Durchmesser, der als "Lav" bezeichnet wird, der ein zahlenmittlerer Durchmesser der Werte für "L" ist. Der Anteil, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, für die "L" nicht mehr als $0,5 \mu\text{m}$ beträgt, wird auch bestimmt.

(3) Kristallstruktur von Aluminiumoxidteilchen

[0099] Aluminiumoxidteilchen werden durch Röntgendiffraktion bestimmt. Um die Kristallstruktur von Aluminiumoxidteilchen in einem Polymer oder einem geformten Körper zu bestimmen, werden die Aluminiumoxidteilchen aus dem Polymer durch Auflösen des Polymers mit einem Lösungsmittel und Abtrennen der Teilchen durch Zentrifugation oder Filtration entfernt und können so auf ähnliche Weise bestimmt werden. Da die Bestimmung durch Röntgendiffraktion schwierig ist, sofern das Polymer an die extrahierten Teilchen anhaftet, ist es wichtig, die aus dem Polymer extrahierten Teilchen mit einem geeigneten Lösungsmittel, das in der Lage ist, das Polymer gut zu lösen und das rund um die Teilchen anhaftende Polymer zu entfernen, wiederholt zu waschen.

[0100] Als Werte für "2 θ " in verschiedenen Kristallstrukturen werden die in der nachstehenden Tabelle gezeigten Werte gemäß den in den JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) registrierten Nummern verwendet.

Kristallstruktur	JCPDS-Nr.
α	10-173
γ	10-425, 29-63
δ	4-877, 16-394
ϵ	21-10
η	4-875
θ	11-517, 23-1009
κ	4-878
χ	4-880, 13-373

[0101] In einem Gemisch aus einer Vielzahl von Kristallstrukturen werden zuerst die Arten der gemischten Kristallstrukturen durch Röntgendiffraktion bestimmt, und anschließend wird die Röntgendiffraktion wiederholt durchgeführt, wobei das Mischungsverhältnis der Teilchen mit den jeweiligen Kristallstrukturen auf jeweilige spezifizierte Verhältnisse geändert werden, um die jeweiligen Gemischstandards herzustellen, und das zu messende Mischungsverhältnis der Teilchen wird durch Vergleiche mit den hergestellten Standards bestimmt.

(4) Form der Aluminiumoxidteilchen und Anteil der nadelförmigen oder plattenförmigen Teilchen

[0102] Ein Kreis, der ein Primärteilchen in einem Polymer umschreibt, oder ein geformter Körper, der mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet wird, wird so gezogen, dass der Durchmesser in Längsrichtung einen Minimalwert darstellt, und der Durchmesser des umschreibenden Kreises wird als " I_1 " bezeichnet. Ein Kreis, der in das Primärteilchen eingeschrieben ist, wird so gezogen, dass der Durchmesser in Querrichtung einen Maximalwert darstellt, und der Durchmesser des eingeschriebenen Kreises wird als " I_2 " bezeichnet. Das Verhältnis von I_1/I_2 wird bestimmt.

[0103] Werden agglomerierte Sekundärteilchen mittels eines Transmissionselektronenmikroskops beobachtet, so wird der Anteil der Anzahl der agglomerierten Teilchen, die jeweils zumindest ein Teilchen mit dem zuvor genannten Verhältnis I_1/I_2 von nicht weniger als 2 und nicht mehr als 20 (nadelförmiges oder plattenförmiges Teilchen) als ein Primärteilchen, das agglomerierte Teilchen bildet, enthalten, im Verhältnis zu der Gesamtzahl der agglomerierten Teilchen bestimmt. Die Werte I_1/I_2 in den Beispielen bezeichnen den Mittelwert solcher bestimmter Verhältnisse von I_1/I_2 .

(5) Gehalt an Aluminiumoxidteilchen

[0104] Nachdem ein Polymer, Film oder Fasern, die Aluminiumoxidteilchen enthalten, durch Schmelzen umgeformt wurden, wird das Element Al durch übliche Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt und zum Gewicht von Al_2O_3 umgerechnet.

B. Polymereigenschaften

(1) Grenzviskosität (IV)

[0105] Die Grenzviskosität wird in o-Chlorphenol bei einer Temperatur von 25°C und einer Konzentration von 1 Gew.-% unter Einsatz eines Ostwald-Viskosimeters bestimmt.

(2) Erweichungspunkt

[0106] Der Erweichungspunkt wird mittels eines Penetrometers bestimmt und als Wert Sp (°C) dargestellt. Im Rahmen der Messung wird ein Polymer in ein beheiztes Bad gegeben und mit 6°C/5 min erhitzt, und der Erweichungspunkt wird als die Temperatur bestimmt, die an dem Zeitpunkt erreicht wurde, an dem eine Spitze einer Last in das Polymer eindringt.

(3) Konzentration an Carboxy-Endgruppen

[0107] Dies wird durch das Maurice-Verfahren bestimmt.

[0108] 2 g Polymer werden in 50 ml o-Kresol/Chloroform (Gewichtsverhältnis: 7 : 3) gelöst und mit N/20 methanolischer NaOH-Lösung titriert, und die Konzentration an Carboxy-Endgruppen wird bestimmt und als ein Wert von Äquivalenzgewicht/10⁶ g Polyester dargestellt.

(4) Wärmebeständigkeit

[0109] Ein erhaltener Polyester wird in N_2 -Gasatmosphäre bei 300°C geschmolzen, die Grenzviskosität wird 8 Minuten und 68 Minuten nach Aufnahme des Schmelzverfahrens gemessen, und die Wärmebeständigkeit wird als die Differenz ΔIV dargebracht. Je geringer die ΔIV ist, umso besser ist die Wärmebeständigkeit.

(5) Gießeigenschaft mit elektrostatischer Ladung

[0110] Eine Gleichstromspannung (6 kV) wird an den schmelzextrudierten Film unter Einsatz einer Elektrode, die zwischen einer Düse und einer Gießtrommel angeordnet ist, angelegt, und wenn die Geschwindigkeit des Gusses schrittweise erhöht wird, so wird die Gießgeschwindigkeit (m/min), die zu Unregelmäßigkeiten beim Auftragen führt, bestimmt. Demgemäß gilt, dass bei höherer Geschwindigkeit die Produktivität gesteigert wird.

C. Eigenschaften des Films

(1) Oberflächenrauigkeit Ra (μm)

[0111] Die Oberflächenrauigkeit wird auf Grundlage von JIS-B-0601 gemessen, und eine durchschnittliche Mittellinien-Rauigkeit, gemessen mittels eines Surfcom-Messgeräts zur Messung der Oberflächenrauigkeit unter Verwendung einer Sonde mit einem Durchmesser von 2 μm, einer Belastung auf der Sonde von 70 mg, einer Messlänge von 0,25 mm und einem Cut-off von 0,08 mm, wird als Oberflächenrauigkeit Ra eingesetzt. Die durchschnittliche Mittellinien-Rauigkeit wird durch die folgende Gleichung bestimmt, wenn ein Abschnitt mit einer Messlänge "h" aus einer Rauigkeitskurve entlang der Mittellinie der Rauigkeitskurve genommen wird, wobei die Mittellinie des genommenen Abschnitts als X-Achse definiert ist, die Richtung senkrecht auf die X-Achse als Y-Achse bezeichnet ist und die Oberflächenrauigkeitskurve durch die Gleichung $y = f(x)$ dargestellt wird.

$$Ra = (1/h) \int_{-h/2}^{h/2} |f(x)| dx$$

(2) Gleitfähigkeit

[0112] Ein Film wird geschnitten, um ein Band herzustellen, das eine Breite von $\frac{1}{2}$ Zoll aufweist. Das Band wird in ein Bandabspieltestgerät (TBT-300; hergestellt von Yokohama System Kenkyusyo Corporation) gegeben und wird rund um eine Führung unter den folgenden Bedingungen ablaufen gelassen: Temperatur von 20°C, relative Feuchtigkeit RH von 60%RH, Durchmesser der Führung von 6 mm, Führungsmaterial: SUS27 (Oberflächenrauigkeit: 0,2 S), Wicklungswinkel von 180° und Laufgeschwindigkeit von 3,3 cm/s; wobei der anfängliche Reibungskoeffizient μ_k durch folgende Gleichung bestimmt wird:

$$\mu_k = 0,733 \log (T_1/T_2)$$

worin T_1 = Ausgangsseitenspannung

T_2 = Eingangsseitenspannung.

[0113] Der Film mit einem μ_k von nicht mehr als 0,35 weist eine gute Gleitfähigkeit auf. Liegt μ_k über 0,35, so verschlechtert sich die Gleitfähigkeit beträchtlich, sofern der Film weiterverarbeitet oder ein Produkt aus diesem Film gebildet wird.

(3) Anzahl der Vorsprünge mit einer Höhe von 10–60 nm an einer Außenoberfläche eines Films

[0114] Ein Film wird auf einen Probentisch gegeben, und eine Platinbeschichtung wird auf die Filmoberfläche aufgetragen. Der Platin-beschichtete Film wird in einem Winkel von 82,5° fixiert, zehn Felder auf der Filmoberfläche werden unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops unter einer 10.000- bis 30.000fachen Vergrößerung beobachtet, und die Anzahl der Vorsprünge mit einer Höhe von 10–60 nm an der Oberfläche wird berechnet.

(4) Abriebfestigkeit [1]

[0115] Ein Film wird geschnitten, um ein Band mit einer Breite von $\frac{1}{2}$ Zoll herzustellen. Das Band wird in ein Bandabspieltestgerät (TBT-300; hergestellt von Yokohama System Kenkyusyo Corporation) gegeben und unter den Bedingungen von 20°C und 60% RH 1.000-mal ablaufen gelassen, wonach die Abriebfestigkeit [1] nach der Menge des abgeplatzten weißen Pulvers, das an der Oberfläche der Führung entstand, klassifiziert wird. Der Durchmesser der Führung ist 8 mm, das Material der Führung entspricht SUS27 (Oberflächenrauigkeit: 0,2 S), der Wicklungswinkel beläuft sich auf 180° und die Laufgeschwindigkeit auf 3,3 cm/s.

[0116] Klassifizierungen wurden wie folgt vorgenommen:

Klasse 1: Die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist äußerst gering.

Klasse 2: Die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist gering.

Klasse 3: Die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist eher groß.

Klasse 4: Die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist sehr groß.

[0117] Je geringer die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist, umso höher ist die Abriebfestigkeit.

(5) Abriebfestigkeit [2]

[0118] Ein Band, das mit einer Magnetschicht versehen ist, wird bei einer Temperatur von 70°C und einem Liniendruck von 200 kg/cm mittels einer kleinformatigen Testkalandriervorrichtung kalandriert (Vorrichtung mit fünf Verfahrensschritten mit Stahlwalzen und Nylonwalzen, wobei die Nylonwalzen mit der Grundfilmoberfläche in Kontakt kommen). Nachdem die Behandlung auf einer Länge von 10.000 m durchgeführt wurde, wird das durch die Behandlung erzeugte weiße Pulver, das an den Nylonwalzen anhaftet, beobachtet, und die Abriebfestigkeit wird wie folgt klassifiziert. Je geringer die Menge des erzeugten weißen Pulvers ist, umso höher ist die Abriebfestigkeit.

Klasse 1: Es wird beinahe kein anhaftendes weißes Pulver erkannt.

Klasse 2: Die Menge des anhaftenden weißen Pulvers ist gering.

Klasse 3: Die Menge des anhaftenden weißen Pulvers ist eher groß.

Klasse 4: Die Menge des anhaftenden weißen Pulvers ist sehr groß, und das Pulver verursacht Probleme während der Bearbeitung und beeinträchtigt die Eigenschaften des Produkts auf negative Weise; der Film kann nicht verwendet werden.

(6) Kratzfestigkeit (bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit)

[0119] Ein Film wird geschnitten, um ein Band mit einer Breite von $\frac{1}{2}$ Zoll herzustellen. Das Band wird in eine Abspieltestvorrichtung gegeben und wird auf einer Führungsstift SUS304 mit einer Oberflächenrauigkeit R_t von 0,2 μm und einem Durchmesser von 8 mm ablaufen gelassen (Laufgeschwindigkeit: 250 m/min; Lauflänge: 100 m, Laufwiederholungen: 10 Laufbahnen; Wicklungswinkel: 60°). Hierbei werden die auf dem Film erzeugten Kratzer in der Richtung der Breite des Films mittels eines Mikroskops bei zehn geeigneten Bereichen beobachtet, und die Anzahl an Kratzern pro Breite wird bestimmt und wie folgt klassifiziert:

Klasse A: Die Anzahl an Kratzern liegt im Bereich von 0–3.

Klasse B: Die Anzahl an Kratzern liegt im Bereich von 4–10.

Klasse C: Die Anzahl an Kratzern liegt nicht unter 11.

[0120] Je weniger Kratzer, umso besser ist die Kratzfestigkeit.

(7) Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung

[0121] Eine magnetische Beschichtungslösung mit der folgenden Zusammensetzung wird mittels einer Gravurwalze auf den Film beschichtet, und die aufgebrachte Magnetschicht wird magnetisch ausgerichtet und getrocknet. Der beschichtete Film wird mittels einer kleinformatigen Testkalandriervorrichtung (Stahlwalze/Nylonwalze; 5 Verfahrensschritte) bei einer Temperatur von 70°C und einem Liniendruck von 200 kg/cm kalandriert und anschließend bei einer Temperatur von 70°C 48 Stunden lang gehärtet. Der Film wird zu einem Band mit einer Breite von $\frac{1}{2}$ Zoll geschnitten, und aus dem Band wird eine Scheibe gebildet. Das Band wird in eine VCR-Kassette aus der Scheibe mit einer Länge von 250 m eingefügt, um ein VCR-Kassettenband zu bilden. (Zusammensetzung der magnetischen Beschichtungslösung)(Alle Teile sind Gewichtsteile)

Eisenoxid	: 100 Teile
Vinylchlorid/Vinylacetatcopolymer	: 10 Teile
Polyurethanelastomer	: 10 Teile
Polyisocyanat	: 5 Teile
Lecitin	: 1 Teil
Methylethylketon	: 75 Teile
Methylisobutylketon	: 75 Teile
Toluol	: 75 Teile
Ruß	: 2 Teile
Laurinsäure	: 1,5 Teile

[0122] 100% Farbsignal, das von einer Testfernsehwellengenerator erzeugt wurde, wird auf dem zuvor erwähnten Band unter Verwendung eines herkömmlichen VCR aufgezeichnet, und das chromatische S/N wird aus einem erzeugten Signal mittels eines Messgeräts für Farbvideorauschen gemessen.

[0123] In den folgenden Beispielen sind Beispiele 1–9 Verweisbeispiele, die die in der entsprechenden EP-A-0.577.846 der Erfinder offenbarten und durch Erklärungen beibehaltenen Zusammensetzungen zeigen.

Beispiel 1 (Tabelle 1)

[0124] Aluminiumoxidteilchen (a) wurden durch Calcinieren eines Aluminiumhydroxids (Boehmit), erhalten durch Hydrolyse eines Aluminiumisopropylalkoxids, hergestellt.

[0125] Die spezifische Oberfläche der Aluminiumoxidteilchen (a) war $84 \text{ m}^2/\text{g}$, und wurde die Kristallstruktur davon durch Röntgendiffraktion analysiert, so war die Hauptstruktur vom θ -Typ. Die Aluminiumoxidteilchen vom θ -Typ (a)(10 Gewichtsteile) und Ethylenglykol (90 Gewichtsteile) wurden vermischt, um eine Aufschlämmung zu bilden, und das Gemisch wurde zur Dispersion mit einem Sandschleifer behandelt. Dann wurde die Aufschlämmung mittels eines Filters aus Glasfasern mit einer absoluten Zuschnittgröße von $3 \mu\text{m}$ filtriert, und Ethylenglykolaufschlämmung (b) aus Aluminiumoxidteilchen vom θ -Typ (100 Gewichtsteile) wurde hergestellt. Der "berechnete 50%-Kugeläquivalentdurchmesser" der agglomerierten Teilchen betrug $0,24 \mu\text{m}$.

[0126] Getrennt davon wurden Dimethylterephthalat (100 Gewichtsteile) und Ethylenglykol (64 Gewichtsteile), denen Magnesiumacetat (0,05 Gewichtsteile) als Katalysator zugesetzt wurde, durch ein reguläres Verfahren einer Umesterung unterzogen. Danach wurde die davor hergestellte Aufschlämmung (b) in einer Menge von 20 Gewichtsteilen bei 230°C dem Obigen zugesetzt, und das Ethylenglykol wurde zehn Minuten lang bei einer gleichbleibenden Temperatur bei 230°C destilliert. Antimonoxid (0,03 Gewichtsteile) wurde als Katalysator und Trimethylphosphat (0,03 Gewichtsteile) wurde als Wärmestabilisator zugegeben, zehn Minuten nach der Zugabe wurde begonnen, den Druck zu reduzieren, und mittels eines regulären Verfahrens wurde eine Kondensationspolymerisation durchgeführt. Die Temperatur am Ende der Kondensationspolymerisation lag bei 278°C , und der Druck lag bei $0,1 \text{ mmHg}$. Die Grenzviskosität der so erhaltenen Polyethylenterephthalatzusammensetzung (c) belief sich auf 0,618, die ΔIV lag bei 0,016, der Erweichungspunkt lag bei $259,8^\circ\text{C}$ und die Konzentration an Carboxyendgruppen lag bei $38 \text{ eq}/10^6 \text{ g}$.

[0127] Weiters wurden Calciumcarbonatteilchen vom Calcitotyp (15 Gewichtsteile), Ethylenglykol (83 Gewichtsteile) und Poly(acrylsäure/acrylsäuremethylester)copolymer (Molekulargewicht: 4.600) in einer Menge von 2 Gewichtsteilen als Oberflächenbehandlungsmittel für die Calciumcarbonatteilchen vom Calcitotyp vermischt. Das Gemisch wurde dann dispergiert und mit einem Sandschleifer oberflächenbehandelt und anschließend in einem Nasssystem klassiert, wonach die Aufschlämmung durch ein Polypropylenfilter mit einer absoluten Zuschnittgröße von $5 \mu\text{m}$ filtriert wurde. Nach der Filtration belief sich die Konzentration der Calciumcarbonatteilchen in der Ethylenglykolaufschlämmung (d) aus Calciumcarbonatteilchen auf 10 Gew.-%, und der "berechnete 50%-Kugeläquivalentdurchmesser" der Teilchen lag bei $0,51 \mu\text{m}$.

[0128] Getrennt davon wurden Dimethylterephthalat (100 Gewichtsteile) und Ethylenglykol (64 Gewichtsteile), denen Magnesiumacetat (0,05 Gewichtsteile) als Katalysator zugesetzt wurde, durch ein reguläres Verfahren einer Umesterung unterzogen. Hiernach wurde die zuvor hergestellte Aufschlämmung (d) in einer Menge von 20 Gewichtsteilen bei einer Temperatur von 230°C zugegeben, und das Ethylenglykol wurde zehn Minuten lang bei einer gleichbleibenden Temperatur bei 230°C destilliert. Antimonoxid (0,03 Gewichtsteile) wurde als Katalysator und Trimethylphosphat (0,03 Gewichtsteile) wurde als Wärmestabilisator zugegeben, zehn Minuten nach der Zugabe wurde begonnen, den Druck zu reduzieren, und mittels eines regulären Verfahrens wurde eine Kondensationspolymerisation durchgeführt. Die Temperatur am Ende der Kondensationspolymerisation lag bei 278°C , und der Druck lag bei $0,1 \text{ mmHg}$. Die Grenzviskosität der so erhaltenen Polyethylenterephthalatzusammensetzung (e) belief sich auf 0,616, die ΔIV lag bei 0,014, der Erweichungspunkt lag bei $260,2^\circ\text{C}$ und die Konzentration an Carboxyendgruppen lag bei $36 \text{ eq}/10^6 \text{ g}$.

[0129] Anschließend wurde Polyethylenterephthalat (f) mit einer Grenzviskosität von 0,615, einer ΔIV von 0,010, einem Erweichungspunkt von $260,1^\circ\text{C}$ und einer Konzentration an Carboxyendgruppen von $26 \text{ eq}/10^6 \text{ g}$, das keine Teilchen enthielten, eingesetzt, und die zuvor hergestellte Polyethylenterephthalatzusammensetzung (c), (e) und das Polyethylenterephthalat (f) wurden gemischt, um Pellets zu bilden, sodass das Mischungsverhältnis davon 15/15/70 als Gewichtsverhältnis war. Das Gemisch wurde unter Vakuum bei einer Temperatur von 140°C drei Stunden lang getrocknet, dann unter Verwendung eines Doppelschneckenextruders bei einer Temperatur von 285°C schmelzgeknetet, das geschmolzene Polymer wurde aus einer Düse mit Schlitz extrudiert, und das extrudierte Polymer wurde auf einer Gießtrommel gekühlt, um eine amorphe Polyethylenterephthalatzusammensetzung zu bilden. Hiernach wurde die Zusammensetzung mit einer 3,5fachen Zugverhältnis sowohl in Längs- als auch in Querrichtung verzogen und wurde anschließend bei einer Temperatur von 220°C fünf Sekunden lang wärmebehandelt, um einen biaxial verstreckten Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ zu bilden.

[0130] Wurde der Zustand der im Film vorhandenen Teilchen mittels eines bereits erwähnten Elektronenmik-

roskops beobachtet, so war die Form der Primärteilchen der Aluminiumoxidteilchen vom θ -Typ (a) $I_1/I_2 = 5,2$, der Durchmesser der agglomerierten, d. h. Sekundär-, Teilchen war $Lav = 0,18 \mu\text{m}$ ($D = 0,04 \mu\text{m}$), und der Anteil der Anzahl der agglomerierten Teilchen, die jeweils zumindest ein nadelförmiges oder plattenförmiges Teilchen enthielten, bezogen auf die Gesamtzahl der agglomerierten Teilchen lag bei 75%. Weiters belief sich der Anteil der Teilchen mit $L \leq 0,05 \mu\text{m}$ auf 53%. Wurde der Zustand der Filmoberfläche auf bereits erwähnte Weise beobachtet, so lag die Oberflächenrauigkeit Ra bei $0,020 \mu\text{m}$, und sehr kleine Vorsprünge mit einer Höhe von nicht weniger als 10 nm und nicht mehr als 60 nm , die von den Aluminiumoxidteilchen vom θ -Typ (a) ausgingen, wurden in einer Anzahl von $1.300.000/\text{mm}^2$ beobachtet. Wurden die Eigenschaften des Films bewertet, so lag das Laufvermögen μ_k bei 0,18, die Abriebfestigkeit [1] entsprach Klasse 1, die Abriebfestigkeit [2] entsprach Klasse 1, und vor allem die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit entsprach auch Klasse A, woraus ersichtlich ist, dass die Eigenschaften des Films ausgezeichnet waren.

Beispiele 2–4 (Tabelle 1)

[0131] Beispiel 1 wurde wiederholt, mit der Ausnahme, dass der Anteil der Teilchen aus Aluminiumoxid mit nadel- oder plattenförmiger Ausbildung durch Ändern der Calcinierungsbedingungen während der Synthese des Aluminiumoxids im Vergleich zu jenen, die bei der Herstellung der Teilchen (a) eingehalten wurden, geändert wurde und Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurden. Die anderen Bedingungen wurden wie in Beispiel 1 belassen.

[0132] So wurden biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ gebildet. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme waren, wie aus Tabelle 1 ersichtlich, ausgezeichnet.

Beispiel 5 (Tabelle 2)

[0133] Aluminiumoxidteilchen (g) wurden durch Calcineren von Aluminiumdorsonit, synthetisiert durch Neutralisation und Synthese eines Alauns mit einem Carbonat, hergestellt. Die spezifische Oberfläche der Aluminiumoxidteilchen (g) belief sich auf $99 \text{ m}^2/\text{g}$, und bei der Analyse der Kristallstruktur durch Röntgendiffraktion wurde festgestellt, dass sie vom θ -Typ waren. Ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurde, mit Ausnahme der Verwendung der zuvor genannten Aluminiumoxidteilchen und einer Änderung der Art und des Teilchendurchmessers der inerten Teilchen, unter denselben Bedingungen wie in Beispiel 1 gebildet. Die Eigenschaften des erhaltenen Films waren, wie aus Tabelle 2 ersichtlich, gut.

Beispiel 6 (Tabelle 2)

[0134] Ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurde unter denselben Bedingungen wie in Beispiel 5 gebildet, mit Ausnahme einer Änderung der spezifischen Oberfläche der zuvor genannten Aluminiumoxidteilchen (g) und der Art und des Teilchendurchmessers der inerten Teilchen. Die Eigenschaften des erhaltenen Films waren, wie aus Tabelle 2 ersichtlich, gut.

Beispiele 7–10 (Tabelle 3)

[0135] Beispiel 1 wurde wiederholt, mit der Ausnahme, dass der Anteil der nadelförmigen oder plattenförmigen Aluminiumoxidteilchen (und bezüglich Beispiel 10 auch die Art der Kristallstruktur) durch Ändern der Calcinierungsbedingungen während der Synthese des Aluminiumoxids im Vergleich zu jenen, die bei der Herstellung der Teilchen (a) eingehalten wurden, geändert wurde und dass Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurden. Weitere Bedingungen wurden wie in Beispiel 1 belassen.

[0136] So wurden biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ gebildet. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme waren, wie aus Tabelle 3 ersichtlich, gut.

Beispiel 11 (Tabelle 4)

[0137] Aluminiumoxidteilchen (h) mit einer spezifischen Oberfläche von $83 \text{ m}^2/\text{g}$ und einer 100%igen θ -Typ-Kristallstruktur bei Röntgendiffraktion und Aluminiumoxidteilchen (i) mit einer spezifischen Oberfläche von $24 \text{ m}^2/\text{g}$ und 100%iger α -Typ-Kristallstruktur bei Röntgendiffraktion wurden auf ähnliche Weise wie in Beispiel 1 gebildet. Die Aluminiumoxidteilchen (h) in einer Menge von 9,5 Gewichtsteilen, die Aluminiumoxidteilchen (i) in einer Menge von 0,5 Gewichtsteilen und Ethylenglykol in einer Menge von 90 Gewichtsteilen wurden vermischt, um eine Aufschlammung zu bilden, und die Aufschlammung wurde unter Verwendung eines Sandschleifers dispersionsbehandelt. Hiernach wurde die Aufschlammung auf ähnliche Weise wie in Beispiel 1 filtert-

riert, und Ethylenglykolaufschämmung (j) aus einem Mischtyp aus Aluminiumoxidteilchen vom θ - und α -Typ (100 Gewichtsteile) wurde hergestellt. Der "berechnete 50%-Kugeläquivalentdurchmesser" der agglomerierten Teilchen war 0,24 μm .

[0138] Die Polyethylenterephthalatzusammensetzung (k) wurde auf ähnliche Weise wie in Beispiel 1 hergestellt, mit der Ausnahme, dass anstelle von Aufschämmung (b) Aufschämmung (j) zugesetzt wurde. Die Grenzviskosität der so erhaltenen Polyethylenterephthalatzusammensetzung (k) lag bei 0,617, die Δ IV bei 0,016, der Erweichungspunkt bei 259,9°C und die Konzentration an Carboxyendgruppen bei 36 eq/10⁶ g.

[0139] Anschließend wurden nicht getrocknete Polyethylenterephthalatpellets mit einem Wassergehalt von 0,4 Gew.-% und einer Grenzviskosität von 0,621 mittels eines Doppelschneckenextruders vom Entlüftungstyp geschmolzen erhalten, und eine Wasseraufschämmung aus Polydivinylbenzolteilchen [Divinylbenzol/Ethylvinylbenzol- (Gewichtsverhältnis: 80/20) Copolymer] mit Natriumcarboxylat als eine funktionelle Gruppe und einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,43 μm wurde dem Polymer zugesetzt, sodass sich der Endgehalt der Teilchen auf 2,0 Gew.-% belief. Das Luftabzugsrohr wurde auf 10 Torr gehalten, und das Polymer wurde bei einer Temperatur von 280°C schmelzextrudiert, um eine Polyethylenterephthalatzusammensetzung (l) zu erhalten, die Polydivinylbenzolteilchen enthielt. Die Grenzviskosität der so erhaltenen Polyethylenterephthalatzusammensetzung (l) lag bei 0,616, die Δ IV bei 0,013, der Erweichungspunkt bei 260,0°C und die Konzentration an Carboxyendgruppen bei 28 eq/10⁶ g.

[0140] Weiters wurde das in Beispiel 1 hergestellte Polyethylenterephthalat (f), das keine Teilchen enthielt, eingesetzt, und die bereits hergestellten Polyethylenterephthalatzusammensetzungen (k) und (l) und das Polyethylenterephthalat (f) wurden gemischt, um solche Pellets zu bilden, dass das Mischungsverhältnis 15/10/75 als Gewichtsverhältnis war. Unter Einsatz dieses Gemischs wurde ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von 14 μm auf ähnliche Weise wie in Beispiel 1 gebildet.

[0141] Wurde der Zustand der im Film vorhandenen Teilchen unter Verwendung eines bereits erwähnten Elektronenmikroskops beobachtet, so war die Form der Primärteilchen, die Aluminiumoxidteilchen vom θ -/ α -Mischtyp (h, i) waren, $I_1/I_2 = 3,8$, der Durchmesser der agglomerierten, d. h. Sekundär-, Teilchen belief sich auf Lav 0,16 μm ($D = 0,04 \mu\text{m}$), und der Anteil der Anzahl an agglomerierten Teilchen, die jeweils zumindes7t ein nadel- oder plattenförmiges Teilchen enthielten, an der Gesamtzahl der agglomerierten Teilchen belief sich auf 76%. Weiters war der Anteil der Teilchen mit $L \leq 0,05 \mu\text{m}$ 46%. Wurde der Zustand der Filmoberfläche auf zuvor erwähnte Weise beobachtet, so lag die Oberflächenrauigkeit Ra bei 0,019 μm , und sehr geringfügige Vorsprünge mit einer Höhe von nicht weniger als 10 nm und nicht mehr als 60 nm, die von den Aluminiumoxidteilchen vom θ -/ α -Mischtyp ausgingen (h, i), wurden in einer Anzahl von 1.220.000/mm² beobachtet. Wurden die Eigenschaften des Films bemessen, so lag das Laufvermögen μk bei 0,17, die Abriebfestigkeit [1] entsprach Klasse 1, die Abriebfestigkeit [2] entsprach Klasse 1, und vor allem die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit entsprach auch Klasse A, was zeigt, dass die Eigenschaften des Films ausgezeichnet waren. In Tabelle 4 stehen "DVB.EVB" für Divinylbenzol/Ethylvinylbenzol-Copolmer.

Beispiele 12, 13 (Tabelle 4)

[0142] Beispiel 1 wurde wiederholt, mit der Ausnahme, dass der Anteil der nadel- oder plattenförmigen Aluminiumoxidteilchen und die Art der Kristallstruktur durch Ändern der Calcinierungsbedingungen während der Synthese des Aluminiumoxids im Vergleich zu jenen, die bei der Herstellung der Teilchen (a) eingehalten wurden, geändert wurde und die Art und der Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurde. Weitere Bedingungen wurden wie in Beispiel 1 belassen.

[0143] So wurden biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von 14 μm gebildet. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme waren, wie in Tabelle 4 ersichtlich, gut.

Beispiele 14–16 (Tabelle 5)

[0144] Biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von 14 μm wurden unter denselben Bedingungen wie jene in Beispiel 11 gebildet, mit der Ausnahme, dass das Mischungsverhältnis der Aluminiumoxidteilchen (h) und der Aluminiumoxidteilchen (i) und Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurden. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme waren, wie in Tabelle 5 ersichtlich, gut.

Beispiel 17 (Tabelle 6)

[0145] Eine durch Kneten von Terephthalsäure (86,5 Gewichtsteile) und Ethylenglykol (37,1 Gewichtsteile)(Molverhältnis: 1,15) hergestellte Aufschlämmung wurde kontinuierlich über 3,5 h hinweg in einen Veresterungsreaktor zugeführt, in dem ein geschmolzenes Reaktionszwischenprodukt (Bishydroxyethylterephthalat)(110 Gewichtsteile), hergestellt aus Ethylenglykol/Terephthalsäure (Molverhältnis: 1,15), gelagert wurde. Die Temperatur des Reaktionssystems wurde bei 250°C von Anfang des Zuführens an gehalten, und das aufgrund der Veresterungsreaktion erzeugte Wasser wurde aus dem Kopf einer Fraktionierungssäule destilliert. Ein Bishydroxyethylterephthalat mit einem Reaktionsverhältnis von 98,0% wurde durch Weiterführung der Veresterungsreaktion der Aufschlämmung erhalten. 104,8 Gewichtsteile Bishydroxyethylterephthalat (entsprechend 100 Gewichtsteilen Polyethylenterephthalat) wurden in einen Kondensationspolymerisationsreaktor überführt, 0,25 Gewichtsteile Lithiumacetat wurden zugesetzt, und nach 10-minütigem Aufrechterhalten der Temperatur bei 250°C wurde die in Beispiel 10 eingesetzte Aufschlämmung aus Aluminiumoxidteilchen in einer Menge von 5 Gewichtsteilen zugesetzt. Dann wurden Calciumacetat (0,13 Gewichtsteile) und Antimontrioxid (0,03 Gewichtsteile) zugesetzt. Nach 10-minütigem Aufrechterhalten der Temperatur bei 250°C wurden Trimethylphosphat (0,20 Gewichtsteile) und Phosphorsäure (0,02 Gewichtsteile) zugesetzt. Hiernach wurde eine Kondensationspolymerisation auf übliche Weise durchgeführt, und ein Teilchen enthaltendes Polyethylenterephthalat (m), in dem innere Teilchen mit einer Struktur von Ca-Li-P (0,8 Gew.-%)(mittlerer Teilchendurchmesser: 1,6 µm) und Aluminiumoxidteilchen vom θ-/α-Mischtyp vermischt und dispergiert wurden, wurde erhalten. Die Grenzviskosität dieses Polymers lag bei 0,616, die Δ IV bei 0,013, der Erweichungspunkt bei 261,2°C und die Konzentration an Carboxyendgruppen bei 31 eq/10⁶ g.

[0146] Weiters wurden die in Beispiel 11 hergestellte Polyethylenterephthalatzusammensetzung (I) und die zuvor hergestellte Polyethylenterephthalatzusammensetzung (m) in Form von Pellets so gemischt, dass das Mischungsverhältnis (I)/(m) 5/95 als Gewichtsverhältnis entsprach.

[0147] Unter Einsatz dieses Gemischs wurde ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von 14 µm auf ähnliche Weise wie in Beispiel 1 gebildet.

[0148] Wurde der Zustand der im Film vorhandenen Teilchen unter Einsatz eines bereits erwähnten Elektronenmikroskops beobachtet, so war die Form der Primärteilchen, die Aluminiumoxidteilchen vom θ-/α-Mischtyp waren, $I_1/I_2 = 5,1$, der Durchmesser der agglomerierten, d. h. Sekundär-, Teilchen war $L_{av} = 0,16 \mu\text{m}$ ($D = 0,04 \mu\text{m}$) und der Anteil der Anzahl der agglomerierten Teilchen, die jeweils zumindest ein nadel- oder plattenförmiges Teilchen enthielten, an der Gesamtzahl an agglomerierten Teilchen 87%. Weiters lag der Anteil der Teilchen mit $L \leq 0,05 \mu\text{m}$ bei 28%.

[0149] Wurde der Zustand der Filimoberfläche auf die zuvor erwähnte Weise beobachtet, so lag die Oberflächenrauigkeit Ra bei $0,023 \mu\text{m}$, und sehr kleine Vorsprünge mit einer Höhe von nicht weniger als 10 nm und nicht mehr als 60 nm, die von den Aluminiumoxidteilchen vom θ-/α-Mischtyp (p) ausgingen, wurden in einer Anzahl von $1.100.000/\text{mm}^2$ beobachtet. Wurden die Eigenschaften des Films ausgewertet, so lag das Laufvermögen bei 0,16, die Abriebfestigkeit [1] entsprach Klasse 1, die Abriebfestigkeit [2] entsprach Klasse 1, und vor allem die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit entsprach Klasse A, was darauf hinweist, dass der Film ausgezeichnete Eigenschaften aufwies.

Beispiel 18 (Tabelle 6)

[0150] Ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von 14 µm wurde unter denselben Bedingungen wie jene in Beispiel 10 gebildet, mit der Ausnahme, dass Aluminiumoxidteilchen mit zwei oder mehreren Arten an Kristallstrukturen, hergestellt durch Ändern der Calcinierungsbedingungen während der Synthese des Aluminiumoxids im Vergleich zu jenen, die bei der Herstellung der Teilchen (a) in Beispiel 1 eingehalten wurden, eingesetzt wurden. Obwohl die Eigenschaften des erhaltenen Films, wie aus Tabelle 6 ersichtlich, gut waren, waren die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit und die Abriebfestigkeit [1] und [2] geringfügig schlechter im Vergleich mit jenen aus Beispiel 10.

Beispiel 19 (Tabelle 7)

[0151] Aluminiumoxidteilchen (n) wurden durch Calcineren von Aluminiumhydrid (Bayerit), hergestellt aus einem Aluminiummetall als Hauptrohmaterial, hergestellt. Die spezifische Oberfläche der Aluminiumoxidteilchen (n) lag bei $42 \text{ m}^2/\text{g}$, und wurde die Kristallstruktur der Teilchen durch Röntgendiffraktion analysiert, so wurde herausgefunden, dass es sich um einen Mischtyp aus θ-Typ und η-Typ handelte, in dem der α-Typ nicht vor-

handen war. Ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthafatfilm mit einer Dicke von 14 µm wurde unter denselben Bedingungen wie in Beispiel 11 gebildet, mit der Ausnahme, dass die zuvor genannten Aluminiumoxidteilchen (n) eingesetzt wurden. Obwohl die Eigenschaften der erhaltenen Filme, wie aus Tabelle 7 ersichtlich, gut waren, wiesen sie im Vergleich mit den Werten aus Beispiel 11 eine geringfügig schlechtere Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit und Abriebfestigkeit [2] auf.

Beispiel 20 (Tabelle 7)

[0152] Beispiel 1 wurde wiederholt, mit der Ausnahme, dass der Anteil der nadel- oder plattenförmigen Aluminiumoxidteilchen und Art und Kristallstruktur durch Ändern der Calcinierungsbedingungen während der Synthese des Aluminiumoxids im Vergleich zu jenen bei der Herstellung der Teilchen (a) geändert wurden und Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurden. Weitere Bedingungen waren dieselben wie in Beispiel 1. So wurde ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von 14 µm gebildet. Die Eigenschaften des erhaltenen Films waren, wie aus Tabelle 7 ersichtlich, gut.

Beispiel 21 (Tabelle 8)

[0153] Die in Beispiel 10 eingesetzte Polyethylenterephthalatzusammensetzung mit Aluminiumoxidteilchen vom θ - und α -Typ und die in Beispiel 1 eingesetzten Polyethylenterephthalatzusammensetzungen (e) und (f) wurden so gemischt, dass das Mischungsverhältnis 15/30/55 als Gewichtsverhältnis war, das Gemisch wurde unter reduziertem Druck (3 Torr) bei 180°C drei Stunden lang getrocknet und wurde in einen Doppelschneckenextruder vom Entlüftungstyp Nr. 1 zugeführt und bei 280°C geschmolzen hervorgebracht (Polymer I). Weiters wurde nur die Polyethylenterephthalatzusammensetzung (f) unter reduziertem Druck (3 Torr) bei 180°C drei Stunden lang getrocknet, und die Zusammensetzung (f) wurde in einen anderen Doppelschneckenextruder Nr. 2 zugeführt und bei 290°C geschmolzen hervorgebracht (Polymer II). Diese zwei Polymere wurden anschließend jeweils mit einem hohen Filtrationsgenauigkeitsgrad filtriert, die Polymere wurden jeweils unter Verwendung eines dreischichtigen Feedblocks mit einem rechteckigen Beschichtungsabschnitt so laminiert, dass das Polymer II so angeordnet wurde, dass es beide Oberflächenabschnitte bildete. Das laminierte Polymer wurde aus einer fischschwanzförmigen Düse in Form einer Folie extrudiert, und die extrudierte Folie wurde gekühlt und auf einer Gießtrommel unter Einsatz eines elektrostatischen Gussverfahrens verfestigt, um einen nicht verstreckten Film mit einer Dicke von etwa 160 µm zu bilden. Hierbei lag das Streckungsverhältnis bei 6,5.

[0154] Der nicht verstreckte Film wurde in Längsrichtung in drei Streckungsschritten verstreckt, worin der erste Schritt bei 123°C zur 1,2fachen Länge, der zweite Schritt bei 126°C zur 1,45fachen Länge und der dritte Schritt bei 114°C zur 2,3fachen Länge durchgeführt wurde. Der erhaltene uniaxial verstreckte Film wurde in Querrichtung in zwei Streckungsschritten verstreckt, worin der erste Schritt bei 111°C zur 3,7fachen Länge und der zweite Schritt bei 113°C zur 1,2fachen Länge unter Einsatz eines Spannrahmens durchgeführt wurde, und anschließend wurde der Film unter den Bedingungen einer konstanten Länge bei 200°C fünf Sekunden lang wärmebehandelt, um einen Film mit einer Dicke von 14 µm zu erhalten. Die Dicke der äußersten Schicht "t" des erhaltenen Films lag bei 1,0 µm, und die Beziehung zwischen der Dicke "t" und dem mittleren Durchmesser "d" (= 0,51 µm) der Calciumcarbonatteilchen vom Calcittype entsprach $t = 1,96 d$.

[0155] Die Eigenschaften des Films werden in Tabelle 8 gezeigt. Die Abriebfestigkeit [1] und [2] und die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit waren durchwegs gut und mit jenen aus Beispiel 10 vergleichbar. Weiters wurden bei der Auswertung der Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung ein Wert von +2,0 dB erhalten, sofern die Daten aus Beispiel 10 als Standard festgelegt wurden, und somit handelte es sich um einen sehr guten Film.

Beispiele 22, 23 (Tabelle 8), Beispiele 24–26 (Tabelle 9)

[0156] Biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von 14 µm wurden auf dieselbe Weise wie in Beispiel 21 gebildet, mit der Ausnahme, dass Kristallstruktur und Gehalt der Aluminiumoxidteilchen, Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen und die Dicke der Beschichtung geändert wurden. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme sind in den Tabellen 8 und 9 gezeigt, und nicht nur die Abriebfestigkeit und die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit, sondern auch die Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung waren gut.

Vergleichsbeispiel 1 (Tabelle 10)

[0157] Aluminiumoxidteilchen (o) wurden durch Sublimation von Aluminiumchlorid und durch Flammenhyd-

rolyse desselben in einer Gasphase aus Wasserstoff- und Sauerstoffatmosphäre erhalten. Die spezifische Oberfläche der Aluminiumoxidteilchen (o) war $97 \text{ m}^2/\text{g}$, und wurde die Kristallstruktur der Teilchen durch Röntgendiffraktion analysiert, so war sie zu 100% vom δ -Typ. Ein biaxial verstreckter Polyethylenterephthalatfilm mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurde unter denselben Bedingungen wie in Beispiel 1 mit Ausnahme der Verwendung der zuvor genannten Aluminiumoxidteilchen (o) gebildet. Die Eigenschaften des erhaltenen Films sind in Tabelle 10 ersichtlich, und die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit erreichte kein zufrieden stellendes Niveau.

Vergleichsbeispiele 2–4 (Tabelle 10)

[0158] Biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurden auf dieselbe Weise wie in Vergleichsbeispiel 1 gebildet, außer, dass die Kristallstruktur der Aluminiumoxidteilchen durch Ändern des Syntheseverfahrens und Art und Teilchendurchmesser der inerten Teilchen geändert wurden. Die Eigenschaften des erhaltenen Films sind in Tabelle 10 ersichtlich, und die Abriebfestigkeit und Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit waren unzulänglich.

Vergleichsbeispiele 5, 6 (Tabelle 11)

[0159] Biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurden auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1 gebildet, mit der Ausnahme, dass Oxidteilchen mit einer großen spezifischen Oberfläche anstelle der Aluminiumoxidteilchen eingesetzt wurden. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme werden in Tabelle 11 gezeigt, und weder Abriebfestigkeit noch Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit waren ausreichend.

Vergleichsbeispiele 7, 8 (Tabelle 12)

[0160] Biaxial verstreckte Polyethylenterephthalatfilme mit einer Dicke von $14 \mu\text{m}$ wurden auf dieselbe Weise wie in Beispiel 21 gebildet, mit der Ausnahme, dass die Kristallstruktur der Aluminiumoxidteilchen geändert wurde. Die Eigenschaften der erhaltenen Filme werden in Tabelle 12 gezeigt, und die Abriebfestigkeit und die Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit waren jeweils unzulänglich. Weiters wurde die Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung im Vergleich mit jener aus Beispiel 10 nicht verbessert.

TABELLE 1

	BEISPIEL 1	BEISPIEL 2	BEISPIEL 3	BEISPIEL 4
[Aluminumoxidteilchen]				
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	84	81	81	83
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	33	33	34	32
Kristallstruktur	0	0	0	0
Mischungsverhältnis (Gew.-%)	100	100	100	100
Gehalt (W ₂)	0,3	0,3	0,4	0,4
W _{av} (μm)	0,18	0,18	0,20	0,20
D _L	0,22	0,24	0,23	0,24
Anteil an nadel- oder plattentörmigen Teilchen (%)	75	61	43	43
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	53	55	45	43
[Inertes Teilchen]				
Art	Calciumcarbonat vom Vaterotyp	Calciumcarbonat vom Vaterotyp	Calciumcarbonat vom Vaterotyp	Calciumcarbonat vom Vaterotyp
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,51	0,57	0,49	0,55
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3	0,4	0,3
[Film]				
R _a (μm)	0,020	0,020	0,020	0,021
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	130x10 ⁴	115x10 ⁴	95x10 ⁴	90x10 ⁴
Laufvermögen	μ _K	0,18	0,18	0,18
Abriebfestigkeit [1]	1	1	1	2
Abriebfestigkeit [2]	1	2	2	2
Kraifestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	A	A	B	B

TABELLE 2

	BEISPIEL 5	BEISPIEL 6
[Aluminiumoxideteilchen]		
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	99	102
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	15	15
Kristallstruktur	0	0
Mischungsverhältnis	100	100
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3
I ₁ /I ₂	1,8	1,6
Lav (µm)	0,23	0,22
D/L	0,57	0,57
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	23	21
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 µm (Inertes Teilchen)	45	42
Art	Calciumcarbonat vom Calcittyp	Calciumcarbonat vom Vaterittyp
Mittlerer Durchmesser (µm)	0,62	0,47
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3
[Film]		
Ra (µm)	0,019	0,018
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl /mm ²)	60x10 ⁴	60x10 ³
Laufvermögen µ _κ	0,18	0,18
Abriebfestigkeit [1]	3	3
Abriebfestigkeit [2]	3	3
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	B	B

TABELLE 3

	BEISPIEL 7	BEISPIEL 8	BEISPIEL 9	BEISPIEL 10
[Aluminiumoxidteilchen]				
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	77	85	83	76
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	35	32	32	35
Kristallstruktur	0	0	0	$\theta + \alpha$
Mischungsverhältnis (%)	100	100	100	97,4 / 2,6
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,4	0,4	0,3
$\tau_{1/2}$	2,1	2,3	2,2	5,1
τ_{av} (μm)	0,21	0,18	0,21	0,13
D/L	0,21	0,23	0,23	0,23
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	45	43	43	87
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (Inertes Teilchen)	43	47	42	52
Art	DVB/EVB (8:2-COONa-modifiziert)	Calciumcarbonat vom Calcittyp	Silica	Calciumcarbonat vom Calcitotyp
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,51	0,63	0,55	0,51
Genhalt (Gew.-%)	0,2	0,3	0,2	0,3
[Film]				
R _a (μm)	0,020	0,021	0,018	0,018
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	75x10 ⁴	80x10 ⁴	80x10 ⁴	135x10 ⁴
Laufvermögen μ_K	0,17	0,18	0,18	0,18
Abriebfestigkeit [1]	2	2	2	1
Abriebfestigkeit [2]	3	3	3	1
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	B	B	B	A

TABELLE 4

	BEISPIEL 11	BEISPIEL 12	BEISPIEL 13
[Aluminiumoxidteilchen]			
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	83 +24	68	61
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	36 (32 + 110)	38	42
Kristallstruktur	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$
Mischungsverhältnis (%)	95,0 / 5,0	95,2 / 4,8	93,3 / 6,7
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3	0,5
l_1/l_2	3,8	3,3	3,1
Lav (μm)	0,16	0,14	0,17
D/L	0,27	0,25	0,25
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	76	79	72
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	46	48	40
[Inertes Teilchen]			
Art	DVB.EVB (8-2-COO _{Na} -modifiziert)	Calciumcarbonat vom Vaterotyp	Calciumcarbonat vom Calcitotyp / Silica
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,43	0,47	0,62 / 0,43
Gehalt (Gew.-%)	0,20	0,3	0,3 / 0,05
[Film]			
R _a (μm)	0,019	0,019	0,020
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	122x10 ⁴	130x10 ⁴	130x10 ⁴
Laufvermögen μ κ	0,17	0,18	0,17
Abriebfestigkeit [1]	1	1	1
Abriebfestigkeit [2]	1	1	1
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	A	A	A

TABELLE 5

	BEISPIEL 14	BEISPIEL 15	BEISPIEL 16
[Aluminumoxideteilchen]			
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	83 + 24	83 + 24	83 + 24
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	40 (32 + 110)	43 (32 + 110)	46 (32 + 110)
Kristallstruktur	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$
Mischungsverhältnis (%)	90,0 / 10,0	86,5 / 13,5	82,5 / 17,5
Gehalt (Gew.-%)	0,4	0,4	0,3
l_1/l_2	2,5	2,5	2,8
l_{av} (μm)	0,15	0,18	0,18
D/L	0,31	0,30	0,30
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	76	74	72
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	39	34	31
[Inerte Teilchen]			
Art	Calciumcarbonat vom Calcittyp	Calciumcarbonat vom Calcittyp / Silica	Calciumcarbonat vom Calcittyp / DVBEVB (6:4:COONa-modifiziert)
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,53	0,56 / 0,40	0,55 / 0,42
Gehalt (Gew.-%)	0,25	0,25 / 0,05	0,2 / 0,1
[Film]			
Ra (μm)	0,018	0,021	0,021
Anzahl an Vorspringen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	115×10^4	106×10^4	100×10^4
Laufvermögen μ K	0,18	0,17	0,16
Abriebfestigkeit [1]	1	1	1
Abriebfestigkeit [2]	1	2	1
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	A	A	A

TABELLE 6

	BEISPIEL 17	BEISPIEL 18
[Aluminiumoxidteilchen]		
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	76	95
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	35	22
Kristallstruktur	$\theta + \alpha$	$\theta + \delta + \gamma$
Mischungsverhältnis	(%)	97,4 / 2,6
Gehalt I ₁ /I ₂	(Gew.-%)	0,5
I ₂	(μ m)	5,1
LaV		0,16
D/L		0,25
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	87	72
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μ m (%)	28	25
[Inertes Teilchen]		
Art	Ca-Li-P-System internes Teilchen / DVB.EVB (8:2-COO ₂ Na-modifiziert)	Calciumcarbonat vom Calcityp
Mittlerer Durchmesser (μ m)	1,6 / 0,43	0,51
Gehalt [Film]	(Gew.-%)	0,8 / 0,1
Ra	(μ m)	0,023
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl /mm ²)	110x10 ³	60x10 ⁴
Laufvermögen	μ κ	0,16
Abriebfestigkeit [1]		1
Abriebfestigkeit [2]		1
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	A	B

TABELLE 7

	BEISPIEL 19	BEISPIEL 20
[Aluminiumoxidteilchen]		
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	42	73
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	53	33
Kristallstruktur	$\theta + \eta$	$\theta + \alpha$
Mischungsverhältnis (%)	60 / 40	97,2 / 2,8
Gehalt (Gew.-%)	0,4	0,3
l ₁ /l ₂	1,6	2,5
Lav (μm)	0,31	0,18
D/L	0,53	0,28
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	46	42
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	28	16
[Inertes Teilchen]	DVB.EVB (8:2:COONa-modifiziert)	Silica
Art		
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,43	0,45
Gehalt (Gew.-%)	0,20	0,4
[Film]		
Ra (μm)	0,020	0,021
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl/mm ²)	60x10 ⁴	50x10 ⁴
Laufvermögen μ _K	0,18	0,18
Abriebfestigkeit [1]	1	3
Abriebfestigkeit [2]	2	3
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	B	B

TABELLE 8

	BEISPIEL 21	BEISPIEL 22	BEISPIEL 23
[Aluminumoxidelteilchen]			
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	76	80	84 + 24
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	35	33	33 (31 + 110)
Kristallstruktur	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$
Mischungsverhältnis (%)	97,4 / 2,6	98,8 / 1,2	97,0 / 3,0
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,4	0,4
l_1/l_2	5,1	6,0	4,8
Lav (μm)	0,13	0,14	0,13
D/L	0,22	0,23	0,31
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	87	85	78
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	52	48	44
[Inertes Teilchen]			
Art	Calciumcarbonat vom Calcittyp	Calciumcarbonat vom Calcittyp / Siliciumdioxid	Calciumcarbonat vom Calcittyp / Silica
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,51	0,45	0,53 / 0,50
Gehalt (Gew.-%)	0,6	0,3	0,5 / 0,1
[Film]			
Beschichtungsdicke (μm)	1,0	1,0	0,8
Ra (μm)	0,019	0,020	0,021
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	140x10 ⁴	145x10 ⁴	130x10 ⁴
Laufvermögen μκ	0,18	0,17	0,18
Abriebfestigkeit [1]	1	1	1
Abriebfestigkeit [2]	1	1	2
Kratzfestigkeit bei wiederholtem schnellem Lauf	A	A	A
Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung (dB) [Standard: Beispiel 1]	+2,0	+2,2	+1,8

TABELLE 9

	BEISPIEL 24	BEISPIEL 25	BEISPIEL 26
[Aluminiumoxidteilchen]			
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	73	69	52
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	37	38	55
Kristallstruktur	$\theta + \alpha$	$\theta + \alpha$	$\theta + \eta$
Mischungsverhältnis (%)	96,9 / 3,1	95,0 / 5,0	70 / 30
Gehalt (Gew.-%)	0,4	0,3	0,3
l_1/l_2	5,2	3,5	2,8
Lav (μm)	0,14	0,14	0,32
D/L	0,23	0,23	0,55
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	80	76	70
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	45	45	26
[Inertes Teilchen]			
Art	Calciumcarbonat vom Calcittyp / DVB.EVB (8:2-COONa-modifiziert)	Titanoxid / Calciumcarbonat vom Calcittyp	Calciumcarbonat vom Vaterittyp
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,53 / 0,42	0,32 / 0,48	0,50
Gehalt (Gew.-%)	0,5 / 0,05	0,3 / 0,3	0,6
[Film]			
Beschichtungsdicke (μm)	0,8	1,2	1,5
Ra (μm)	0,020	0,021	0,022
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	150x10 ⁴	125x10 ⁴	70x10 ⁴
Laufvermögen μ K	0,16	0,18	0,17
Abriebfestigkeit [1]	1	1	1
Abriebfestigkeit [2]	1	1	2
Kratzfestigkeit bei wiederholtem schnellem Lauf	A	A	B
Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung (dB) [Standard: Beispiel 1]	+ 2,3	+ 2,0	+ 2,1

TABELLE 10

[Aluminiumoxidteilchen]	VERGLEICHSBEISPIEL 1	VERGLEICHSBEISPIEL 2	VERGLEICHSBEISPIEL 3	VERGLEICHSBEISPIEL 4
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	97	138	72	8
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	13	15	43	310
Kristallstruktur	δ	γ	η	α
Mischungsverhältnis (%)	100	100	100	100
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,4	0,5	0,4
$\text{D}_{1/2}$	1,2	1,3	1,2	1,3
L_{av} (μm)	0,16	0,35	0,51	0,61
D_{IL}	0,18	0,18	0,63	0,52
Anteil an nadelf- oder plattenförmigen Teilchen (%)	3	5	3	0
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm	55	32	18	5
[Inertes Teilchen]				
Art	Calciumcarbonat vom Calcittyp	Silica	DVB.EVB (5:6-COONa-modifiziert)	Calciumcarbonat vom Calcittyp / Silica
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,51	0,46	0,56	0,58 / 0,43
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3	0,3	0,2 / 0,1
[Film]				
Ra (μm)	0,018	0,019	0,024	0,028
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	30x10 ⁴	15x10 ⁴	10x10 ⁴	1x10 ³
Laufvermögen	$\mu \text{ K}$	0,18	0,17	0,16
Abriebfestigkeit [1]	2	3	4	3
Abriebfestigkeit [2]	2	3	3	4
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	C	C	C	D

TABELLE 11

[Art des Oxidteilchens]	VERGLEICHSBEISPIEL 5		VERGLEICHSBEISPIEL 6	
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	Silica	210	Titanoxid	150
Gehalt (Gew.-%)	0,4	0,4	0,4	0,4
Lav (µm)	0,42	0,42	0,38	0,38
D/L	0,53	0,53	0,28	0,28
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 µm [Inertes Teilchen]	28	28	35	35
Art	Calciumcarbonat vom Calcityp		Calciumcarbonat vom Calcityp	
Mittlerer Durchmesser (µm)	0,51	0,51	0,51	0,51
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3	0,3	0,3
[Film]				
R _a (µm)	0,026	0,024	0,024	0,024
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl /mm ²)	5x10 ⁴	5x10 ⁴	5x10 ⁴	5x10 ⁴
Laufvermögen µ κ	0,18	0,18	0,19	0,19
Abriebfestigkeit [1]	4	4	4	4
Abriebfestigkeit [2]	4	4	4	4
Kratzfestigkeit bei wiederholtem Lauf mit hoher Geschwindigkeit	D	D	D	D

TABELLE 12

	VERGLEICHSBEISPIEL 7	VERGLEICHSBEISPIEL 8
[Aluminumoxidteilchen]		
Spezifische Oberfläche (m ² /g)	145	105
Durchmesser der Primärteilchen (nm)	15	14
Kristallstruktur	γ	δ
Mischungsverhältnis	100	100
Gehalt (Gew.-%)	0,3	0,3
l_1/l_2	1,2	1,3
Lav	(μm)	
	0,37	0,19
D/L		0,18
Anteil an nadel- oder plattenförmigen Teilchen (%)	5	5
Anteil an Teilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm (%)	35	45
[Inertes Teilchen]		
Art	Calciumcarbonat vom Calcityp	Calciumcarbonat vom Calcityp
Mittlerer Durchmesser (μm)	0,51	0,51
Gehalt (Gew.-%)	0,6	0,6
[Film]		
Beschichtungsdicke (μm)	1,0	0,1
Ra (μm)	0,022	0,021
Anzahl an Vorsprüngen mit 10-60 nm (Anzahl / mm ²)	20×10^4	35×10^4
Laufvermögen	μ_K	0,18
Abriebfestigkeit [1]		3
Abriebfestigkeit [2]		2
Kratzfestigkeit bei wiederholtem schnellem Lauf	C	2
Fähigkeit zur elektromagnetischen Konvertierung (dB) [Standard: Beispiel 1]	± 0	- 0,2

[0161] Werden Filme auf Grundlage einer erfindungsgemäßen thermoplastischen Polyesterzusammensetzung gebildet, so können diese Filme besonders hervorragende Gleitfähigkeit, Abriebfestigkeit und Kratzfestigkeit aufweisen und insbesondere ausgezeichnete Kratzfestigkeit bei wiederholtem Laufen mit hoher Geschwindigkeit. Daher kann die erfindungsgemäße thermoplastische Polyesterzusammensetzung in verschiedenen industriellen Bereichen eingesetzt werden, in denen besagte Eigenschaften erforderlich sind, und ist besonders nützlich als Basisfilm in Magnetaufzeichnungsmedien.

Patentansprüche

1. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung, umfassend einen thermoplastischen Polyester, der aus

einer Säurekomponente, die hauptsächlich eine aromatische Dicarbonsäure umfasst, einer Glykolkomponente, die hauptsächlich ein aliphatisches Glykol umfasst, und einem Teilchengemisch (C) aus zwei oder mehr Aluminiumoxidkomponenten, die sich in ihrem Kristallstrukturtyp voneinander unterscheiden, wobei eine der Kristallstrukturen vom θ -Typ ist, hergestellt ist.

2. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 1, worin das Teilchengemisch (C) ein Gemisch aus zwei oder mehr Arten von Aluminiumoxidteilchen ist, wobei zumindest eine Teilchenart in diesem Gemisch vom θ -Typ ist und zumindest eine andere Teilchenart aus Aluminiumoxidteilchen vom α -Typ, η -Typ, κ -Typ oder χ -Typ ausgewählt ist.

3. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, worin die Aluminiumoxidteilchen einen primären Teilchendurchmesser d von nicht weniger als 3 nm und nicht mehr als 200 nm aufweisen, wobei der primäre Teilchendurchmesser von nicht weniger als 3 nm und nicht mehr als 300 nm der folgenden Gleichung genügt:

$$d = 6/(\rho \cdot s)$$

worin s die nach dem BET-Verfahren bestimmte spezifische Oberfläche (m^2/g) und ρ das wahre spezifische Gewicht der Teilchen ist.

4. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach einem der vorangegangenen Ansprüche, worin außerdem inerte Teilchen mit einem größeren primären Teilchendurchmesser als der primäre Teilchendurchmesser der Aluminiumoxidteilchen vorhanden sind.

5. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 4, worin die inerten Teilchen anorganische Teilchen sind.

6. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 5, worin die inerten Teilchen aus Calciumcarbonat, Silica, Titanoxid, Kaolin und Calciumphosphatteilchen ausgewählt sind.

7. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 4, worin die inerten Teilchen organische Teilchen sind.

8. Thermoplastische Polyesterzusammensetzung nach Anspruch 7, worin die inerten Teilchen aus vernetzten Polymerteilchen und in einem Polyesterreaktionssystem ausgefällten inneren Teilchen ausgewählt sind.

9. Polyesterfilm, bestehend aus einer thermoplastischen Polyesterzusammensetzung nach einem der vorangegangenen Ansprüche.

10. Polyesterfilm mit Laminatstruktur, wobei zumindest eine Schicht aus einer thermoplastischen Polyesterzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 besteht.

11. Polyesterfilm nach Anspruch 9 oder Anspruch 10, der sekundäre Aluminiumoxidteilchen enthält, wobei die Teilchen solche durch Messen der jeweiligen Sekundärteilchenlängen in zu einer Filmoberfläche paralleler Richtung bestimmte Teilchendurchmesser aufweisen, dass das Verhältnis zwischen der Anzahl an sekundären Aluminiumoxidteilchen mit einem Durchmesser von nicht mehr als 0,05 μm und der Gesamtanzahl an Aluminiumoxidteilchen nicht weniger als 20% und nicht mehr als 60% beträgt.

12. Polyesterfilm nach Anspruch 9 oder Anspruch 10, worin die Anzahl an Vorsprüngen mit einer Höhe von nicht weniger als 10 nm und nicht mehr als 60 nm auf einer Oberfläche des Polyesterfilms nicht weniger als 500.000/mm² und nicht mehr als 5.000.000/mm² beträgt.

13. Verwendung eines Polyesterfilms nach einem der Ansprüche 8 bis 12 als Basisfilm in einem Magnetaufzeichnungsmedium.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

FIG. 1A

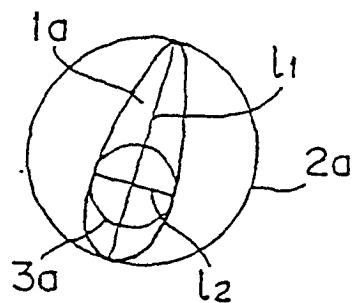


FIG. 1B

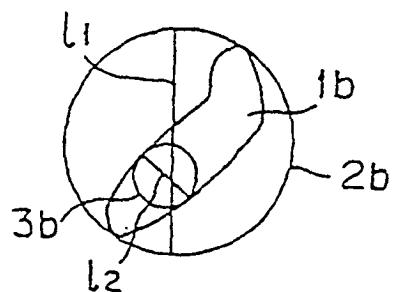


FIG. 1C

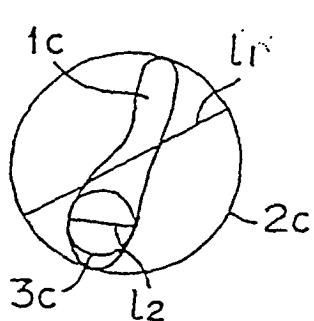


FIG. 1D

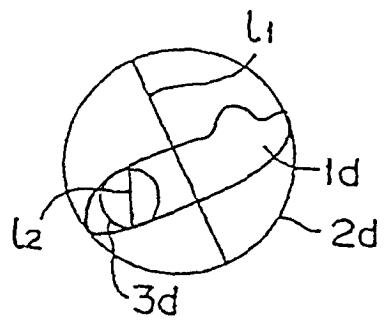


FIG. 2

