

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-107471
(P2004-107471A)

(43) 公開日 **平成16年4月8日(2004.4.8)**

(51) Int. Cl.⁷

C08J 5/18
B29C 55/12
C08L 67/00
C08L 69/00

F I

C08J 5/18 CFD
B29C 55/12
C08L 67/00
C08L 69/00

テーマコード (参考)

4F071
4F210
4J002

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 21 頁)

(21) 出願番号

特願2002-271273 (P2002-271273)

(22) 出願日

平成14年9月18日 (2002.9.18)

(71) 出願人

000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者

東大路 卓司

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者

恒川 哲也

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者

山村 剛平

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

Fターム(参考) 4F071 AA43 AA45 AA48 AA50 AF30Y
AF61Y BB08 BC01

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 二軸配向ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【課題】高強度、耐熱性、寸法安定性、透明性などの特長を有し、例えば、耐熱タッチパネル用、電子回路基盤用、カード用、コンデンサー用として好適な二軸配向ポリエステルフィルムを提供する。

【解決手段】ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とを含有する組成物からなる二軸配向ポリエステルフィルムであって、該ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とがポリエステル(A)を主成分とする海成分と芳香族ポリカーボネート(B)を主成分とする島成分からなる海島構造を有しており、該島成分の分散径が0.01~1μmであることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とを含有する組成物からなる二軸配向ポリエステルフィルムであって、該ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とがポリエステル(A)を主成分とする海成分と芳香族ポリカーボネート(B)を主成分とする島成分からなる海島構造を有しており、該島成分の分散径が0.01~1μmであることを特徴とする二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 2】

ポリエステル(A)が、構造単位として2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4,4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4,4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルから選ばれた少なくとも1成分とジオール成分とから構成される単位を含有することを特徴とする請求項1に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

10

【請求項 3】

ポリエステル(A)が、構造単位として2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4,4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4,4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルから選ばれた少なくとも1成分とジオール成分とから構成される単位を3~30モル%含有することを特徴とする請求項1または2に記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 4】

芳香族ポリカーボネート(B)が5~50重量%含有されていることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

20

【請求項 5】

ヘイズが10%以下であることを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 6】

ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とを含有する組成物が、ガラス転移温度が80~150である組成物からなることを特徴とする請求項1~5のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 7】

フィルム長手方向と幅方向の100、30分における熱収縮率がいずれも0.01~1.0%であることを特徴とする請求項1~6のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

30

【請求項 8】

フィルム長手方向と幅方向の150、30分における熱収縮率がいずれも0.01~2.0%であることを特徴とする請求項1~7のいずれかに記載の二軸配向ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、従来のポリエステルフィルムの物性および品質を大幅に向上させた二軸配向ポリエステルフィルムに関する。

40

【0002】

具体的には、高強度、耐熱性、寸法安定性、透明性などの特長を有し、例えば、耐熱タッチパネル用、電子回路基盤用、カード用、コンデンサー用などに好適に用いられる二軸配向ポリエステルフィルムに関するものである。

【0003】**【従来の技術】**

二軸配向ポリエステルフィルムは、他の素材からは得られないような大面積のフィルムの連続生産が可能であり、その強度、寸法安定性、耐久性、透明性、柔軟性、表面特性の付

50

与が可能などの特長を活かして、ディスプレイ用、磁気記録媒体用、コンデンサー用などの各種工業材料用、農業用、包装用、建材用などの大量に需要のある各種分野で用いられている。

【0004】

近年、タッチパネルは、操作の簡便性から各種情報機器端末のディスプレイ入力デバイスとして広範囲に用いられている。タッチパネルには、例えば、極薄ガラス（下側面状部材）と可動性の透明樹脂フィルム（上側面状部材）の各対向面に透明電極層が形成され、さらに双方の面状部材をスペーサーを介して一定の間隔で対向配置して構成されており、押圧入力を電氣的に感知する抵抗膜式などがある。

【0005】

そのタッチパネル用部材の透明樹脂基板として、ポリエチレンテレフタレート（PET）のフィルムまたはシートが広く用いられている（例えば、特許文献1参照）。しかしながら、PETフィルムは、透明性、耐久性に優れるが、耐熱性や高温高湿下における寸法安定性が不十分であることがあり、高温あるいは高湿にさらされる車載用や浴室用などの用途には使用できないことがあった。

【0006】

一方、ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの組成物からなるフィルムについては過去にも例示されており、例えば、（1）非晶性ポリエステル樹脂と芳香族ポリカーボネートを含む組成物からなる樹脂シート（例えば、特許文献2～特許文献4参照）、または、（2）ポリエチレンテレフタレートと芳香族ポリカーボネートとの組成物からなるポリ

【0007】

しかしながら、上記（1）によって得られるフィルムは、非晶性ポリエステルを用いたカード用に好適なエンボス性を目的としたシートであり、機械的強度や平面性、透明性が不十分である。一方、上記（2）によって得られるフィルムは、ポリカーボネートが細長い島状に分散して直線引裂性と耐衝撃性、透明性を兼備した包装材料に好適なフィルムであるが、島成分の大きさが大きく、耐熱性が不十分である。

【0008】

【特許文献1】

特開2001-34418号公報（第2頁 - 12頁、第3図）。

【0009】

【特許文献2】

特開2002-97361号公報（第2頁 - 10頁）。

【0010】

【特許文献3】

特開2002-121365号公報（第3頁 - 10頁）。

【0011】

【特許文献4】

特開2001-81209号公報（第2頁 - 5頁）。

【0012】

【特許文献5】

特開2001-329077号公報（第2頁 - 6頁）。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、機械的強度、耐熱性、寸法安定性、透明性などに優れた高品質の二軸配向ポリエステルフィルムを提供することであり、特に、機械的強度、耐熱性、寸法安定性、透明性を付与した耐熱タッチパネル用、電子回路基盤用、カード用、コンデンサー用として好適な二軸配向ポリエステルフィルムを提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

50

上記目的に沿う本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とを含有する組成物からなる二軸配向ポリエステルフィルムであって、該ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)とがポリエステル(A)を主成分とする海成分と芳香族ポリカーボネート(B)を主成分とする島成分からなる実質的にポイドのない海島構造を有しており、該島成分の分散径が0.01~1 μ mであることを特徴とするものである。

【0015】

【発明の実施の形態】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムを構成するポリエステル(A)は、例えば、芳香族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸または脂肪族ジカルボン酸などの酸成分やジオール成分から構成される。

10

【0016】

芳香族ジカルボン酸成分としては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルスルホンジカルボン酸等を用いることができ、なかでも好ましくは、テレフタル酸、フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸を用いることができる。脂環族ジカルボン酸成分としては、例えば、シクロヘキサンジカルボン酸等を用いることができる。脂肪族ジカルボン酸成分としては、例えば、アジピン酸、スベリン酸、セバシン酸、ドデカンジオン酸等を用いることができる。これらの酸成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

20

【0017】

また、ジオール成分としては、例えば、エチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサンジメタノール、1,3-シクロヘキサンジメタノール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリアルキレングリコール、2,2'-ビス(4'-ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン等を用いることができ、なかでも好ましくは、エチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール等を用いることができ、特に好ましくは、エチレングリコール等を用いることができる。これらのジオール成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

30

【0018】

また、ポリエステルには、ラウリルアルコール、イソシアン酸フェニル等の単官能化合物が共重合されていてもよいし、トリメリット酸、ピロメリット酸、グリセロール、ペンタエリスリトール、2,4-ジオキシアニソ酸、等の3官能化合物などが、過度に分枝や架橋をせずポリマーが実質的に線状である範囲内で共重合されていてもよい。さらに酸成分、ジオール成分以外に、p-ヒドロキシアニソ酸、m-ヒドロキシアニソ酸、2,6-ヒドロキシナフトエ酸などの芳香族ヒドロキシカルボン酸およびp-アミノフェノール、p-アミノ安息香酸などを本発明の効果が損なわれない程度の少量であればさらに共重合せしめることができる。

40

【0019】

本発明のポリエステル(A)は、特に限定されないが、機械的強度、生産性および取り扱い性等の点から、エチレンテレフタレートおよび/またはエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート単位を主たる構成成分とするポリエステルおよびそれらの変性体よりなる群から選ばれた少なくとも一種であることが好ましい。

【0020】

本発明のポリエステル(A)は、特に限定されないが、ビスフェノールA、つまり、2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4,4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4,4'-ジヒド

50

ロキシジフェニルエーテルから選ばれた1種以上の成分とジオール成分とから構成される単位を構造単位とするものが好ましく挙げられ、中でもビスフェノールA、つまり、2, 2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主原料とした成分とジオール成分から構成される成分が好ましい。さらに、ビスフェノールAの一部、好ましくは、10モル%以下を4, 4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルなどで置換したのも好ましい。また、ジオール成分としては、例えば、エチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、1, 2-シクロヘキサジメタノール、1, 3-シクロヘキサジメタノール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリアルキレングリコール、2, 2'-ビス(4'-ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン等を用いることができ、なかでも好ましくは、エチレングリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、ジエチレングリコール等を用いることができ、特に好ましくは、エチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール等を用いることができる。これらのジオール成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

10

【0021】

ポリエステル(A)を上記構成成分とすることにより、芳香族ポリカーボネート(B)との相溶性を高めることができ、ポリエステル(A)を主成分とする海成分と芳香族ポリカーボネート(B)を主成分とする島成分の海島構造からなる本発明の二軸配向ポリエステルフィルムにおいて、該島成分の分散径を0.01~1 μ mとすることができ、特に好ましい。

20

【0022】

ポリエステル(A)を上記構成成分とする場合、特に限定されないが、ビスフェノールA、つまり、2, 2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルから選ばれた1種以上の成分とジオール成分とから構成される単位を構造単位が3~30モル%含まれるものが好ましく、7~20モル%がより好ましい。上記範囲にすることにより、芳香族ポリカーボネート(B)との相溶性が高まるので、好ましい。

30

【0023】

本発明の芳香族ポリカーボネート(B)は、特に限定されないが、ビスフェノールA、つまり、2, 2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルから選ばれた1種以上を主原料とするものが好ましく挙げられ、中でもビスフェノールA、つまり、2, 2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主原料として製造されるものが好ましい。具体的には、上記ビスフェノールAなどをジヒドロキシ成分として使い、エステル交換法あるいはホスゲン法により得られたポリカーボネートが好ましい。さらに、ビスフェノールAの一部、好ましくは、10モル%以下を4, 4'-ジヒドロキシジフェニルアルカンあるいは4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、および、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルなどで置換したのも好ましい。

40

【0024】

これらは、本発明の効果を阻害しない範囲内で、1種あるいは2種以上一緒にポリマー鎖中に存在してもよい。

【0025】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)を含有するものであり、この両ポリマが溶融混練により相溶した組成物からなる二軸配向ポリエステルフィルムである。ここでいう相溶とは、得られたチップのガラス転

50

移温度 (T g) が、ポリエステル (A) の T g A と芳香族ポリカーボネート (B) の T g B の間に存在することを意味する。本発明でいうガラス転移温度は、示差走査熱分析における昇温時の熱流束ギャップから J I S K 7 1 2 1 に従って求めることができる (測定法の詳細は後述する) 。また、示差走査熱分析によってガラス転移温度を判定する場合は、温度変調法や高感度法を使用することも有効である。該フィルムが、ポリエステル (A) の T g A と芳香族ポリカーボネート (B) の T g B の間にある T g 以外に、本発明の効果を阻害しない範囲内で、ポリエステル (A) の T g A や芳香族ポリカーボネート (B) の T g B などの 2 つ以上のガラス転移温度を有していてもよい。

【 0 0 2 6 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムを構成するポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) を含有するポリエステル組成物は、特に限定されないが、そのガラス転移温度 (T g) が 8 0 ~ 1 5 0 であることが好ましい。 T g は、より好ましくは 8 3 ~ 1 4 0 、さらに好ましくは 8 5 ~ 1 3 0 の範囲内にあることである。二軸配向ポリエステルフィルムが、ポリエステル (A) の構成成分としてエチレンテレフタレート単位を 8 0 モル % 以上含有するポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) とを含有してなるポリエステル組成物で構成される場合、その好ましい T g の範囲は 8 0 ~ 1 2 0 であり、さらに好ましい T g の範囲は 8 3 ~ 1 1 0 である。 T g が 8 0 未満であれば、耐熱性が不十分であったりすることがある。また、 T g が 1 5 0 を越える温度であれば、溶融成形性などの成形加工の点で劣ったり、延伸配向が困難であったりすることがある。

10

20

【 0 0 2 7 】

本発明において、芳香族ポリカーボネート (B) をポリエステル (A) に添加する時期は、溶融押出前に、ポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) との混合物を予備溶融混練 (ペレタイズ) してマスターチップ化する方法や、溶融押出時に混合して溶融混練させる方法などがある。中でも、溶融押出前に、ポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) との混合物を予備溶融混練してマスターチップ化する方法が好ましい。該ペレタイズには、ポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) を二軸混練押出機に供給して溶融押出することが、ポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) を相溶化させ、本発明のフィルムを得る上で、特に好ましい。

【 0 0 2 8 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステル (A) を主成分とする海成分と芳香族ポリカーボネート (B) を主成分とする島成分からなる海島構造を有している。島成分は、全体に対し体積分率で 5 0 % 以下であることが好ましく、より好ましくは 5 ~ 4 0 % であり、さらに好ましくは 7 ~ 3 0 % である。島成分の体積分率が 5 0 % を越える場合には、得られた光拡散性フィルムの機械的強度が低下することがある。

30

【 0 0 2 9 】

ここでいう体積分率は、例えば、透過型電子顕微鏡を用いて測定できる。サンプルを 5 0 n m の厚みに超薄切片法で作成し、透過型電子顕微鏡を用いて、加圧電圧 1 0 0 k V の条件下で観察し、4 万倍で写真を撮影して、得られた写真をイメージアナライザーに画像として取り込み、任意の 1 0 0 個の島成分を選択し、画像処理を行うことにより、体積分率

40

【 0 0 3 0 】

また、島成分の形状は実質的に球状であることが好ましい。ここでいう実質的に球状とは、表面において少なくとも球面となる部分を有する形状であればよい。特に限定されないが、形状は真球状に近づくほど好ましく、方向性のない均一な拡散効果が得られる。これらの島成分の分散径の範囲は、 0 . 0 1 ~ 1 μ m であり、好ましくは 0 . 0 1 ~ 0 . 5 μ m であり、さらに好ましくは 0 . 0 1 ~ 0 . 1 μ m である。この分散径を 1 μ m 以下とすることにより、フィルム強度や透明性を低下させることがなく、良好な耐熱性を得ることができる。また、島成分の分散径を 0 . 0 1 μ m 未満とすることは工業的に困難なことがある。

50

【0031】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、特に限定されないが、実質的にポイドを含有しないことが好ましい。ここでいうポイドとは、フィルム中に存在する微細な気泡のことをさす。フィルム内部のポイドを確認する方法としては、フィルム作製後にフィルム断面を切り出し、透過型電子顕微鏡写真を用いて断面観察することにより、目視で確認することができる。多量のポイドが発生した場合、透明性を低下させることがあり、好ましくない。

【0032】

ここでいう実質的にポイドを含有しないとは、全くポイドが観察されないか、または、含有されていたとしてもポイドの径が10nm以下であればよい。

10

【0033】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムを構成するポリマ中における芳香族ポリカーボネート(B)の含有量は、特に限定されないが、5~50重量%の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは、7~30重量%の範囲であり、より好ましくは、10~20重量%の範囲である。芳香族ポリカーボネート(B)の含有量が5重量%未満であれば、ポリエステル(A)中に芳香族ポリカーボネート(B)が島成分として存在する量が少なすぎて、耐熱性が十分でなく、本発明の効果が得られないことがある。また、芳香族ポリカーボネート(B)の含有量が50重量%を超える量であれば、押出成形加工が困難であったり、さらに得られたフィルムに十分な強度を発現するために、延伸加工を施すことが困難であったりすることがある。

20

【0034】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、特に限定されないが、リン含有量が10~2000ppmとなるように有機リン化合物を配合することが好ましい。さらに好ましいリン含有量は、20~1000ppmである。上記特定量のリン化合物を配合することで、ポリエステル(A)や芳香族ポリカーボネート(B)の熱劣化や酸化劣化を抑制して熱安定性を高めることができ、特に、ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)の間のエステル交換反応を適度に抑制して、両ポリマーの相溶性を制御することができる。その結果、ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)の相溶性を損なうことなく、芳香族ポリカーボネート(B)の分解による炭酸ガスの発生を抑制することができ、溶融混練時の発泡を抑制することができる。リン含有量が10ppm未満であると、混練時に発泡したり色調が低下したりすることがある。また、リン含有量が2000ppmを越えると、ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)の相溶性が低下し、押出安定性が低下したり、得られた組成物を二軸延伸したときにポイドが発生したり、表面にクレーター欠点が発生したりして、本発明の効果が得られないことがある。

30

【0035】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムに、有機リン化合物を配合する場合、有機リン化合物は亜リン酸またはリン酸のエステル化合物が好ましい。好ましい有機リン酸化合物は、ポリエステル(A)および芳香族ポリカーボネート(B)の種類によっても異なり、特に限定されないが、トリメチルホスフェート、ブチルアシッドホスフェート、モノステアリルアシッドホスフェート、ジステアリルアシッドホスフェート、トリフェニルホスファイト、テトラ(トリデシル)-4,4-イソプロピリデンジフェニルジホスファイト、ビス(ノニルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、トリス(2,4-ジ-t-ブチルフェニル)ホスファイト、テトラキス(2,4-ジ-t-ブチルフェニル)-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2,4-ジ-t-ブチル-5-メチルフェニル-4,4'-ビフェニレンジホスホナイト、ビス(2,4-ジ-t-ブチルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2,6-ジ-t-ブチルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-t-ブチルフェニル)-2-エチルヘキシルホスファイト、ビス(2,6-ジ-t-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイト、2,2'、2''-ニトリロ[トリエチルトリス(3,3',5,5'-テトラ-t

40

50

- ブチル - 1, 1' - ビフェニル - 2, 2' - ジイル) ホスファイト]、6 - [3 - (3 - t - ブチル - 4 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル) プロポキシ] - 2, 4, 8, 10 - テトラ - t - ブチルジベンゾ [d, f] [1, 3, 2] ジオキサホスフェピン、2 - [[2, 4, 8, 10 - テトラキス (1, 1 - ジメチルエテル) ジベンゾ [d, f] [1, 3, 2] ジオキサホスフェピン 6 - イル] オキシ] - N, N - ビス [2 - [[2, 4, 8, 10 - テトラキス (1, 1 - ジメチルエチル) ジベンゾ [d, f] [1, 3, 2] ジオキサホスフェピン - 6 - イル] オキシ] - エチル] エタナミン、サイクリックネオペンタンテトライルビス (2, 6 - ジ - t - ブチル - メチルフェニル) フォスファイトなどが好ましく例示される。中でも、トリメチルホスフェート、ブチルアシッドホスフェート、モノステアリルアシッドホスフェート、ジステアリルアシッドホスフェート、トリフェニルホスファイト、テトラ (トリデシル) - 4, 4 - イソプロピリデンジフェニルジホスファイト、ビス (ノニルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、トリス (2, 4 - ジ - t - ブチルフェニル) ホスファイト、または、サイクリックネオペンタンテトライルビス (2, 6 - ジ - t - ブチル - メチルフェニル) フォスファイトが特に好ましく例示される。

10

【 0 0 3 6 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、特に限定されないが、ヘイズが 10 % 以下であることが好ましい。より好ましくは、7 % 以下であり、さらに好ましくは 5 % 以下である。ヘイズが 10 % を越える場合には、ポリエステル (A) と芳香族ポリカーボネート (B) の相溶性が十分でなく、耐熱性などの本発明の効果が十分に得られないことがある。なお、ここでいうヘイズは、フィルムの厚み方向に関する値であり、ヘイズメーターを用いて測定することができる (測定法の詳細は後述する) 。

20

【 0 0 3 7 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの長手方向と幅方向の温度 100、30 分における熱収縮率は、特に限定されないが、フィルムの加工時や使用時の耐熱性の観点から、いずれも 0.01 ~ 1.0 % であることが好ましい。より好ましくは、0.01 ~ 0.5 % であり、さらに好ましくは、0.01 ~ 0.2 % である。温度 100 での熱収縮率が 1.0 % を越える場合は、耐熱性が不十分であり、寸法安定性が損なわれやすくなることがある。また、温度 100 の熱収縮率が 0.01 % 未満の場合には、フィルムが膨張して、しわが発生したり、平面性が悪化したりすることがある。

30

【 0 0 3 8 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの長手方向と幅方向の温度 150、30 分における熱収縮率は、特に限定されないが、フィルムの加工時や使用時の耐熱性の観点から、いずれも 0.01 ~ 2.0 % であることが好ましい。より好ましくは、0.01 ~ 1.0 % であり、さらに好ましくは、0.01 ~ 0.5 % である。温度 150 での熱収縮率が 2.0 % を越える場合は、耐熱性が不十分であり、寸法安定性が損なわれやすくなることがある。また、温度 150 の熱収縮率が 0.01 % 未満の場合には、フィルムが膨張して、しわが発生したり、平面性が悪化したりすることがある。

【 0 0 3 9 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、特に限定されないが、フィルムの加工工程や使用時の高温条件下での寸法安定性の観点から、温度膨張係数 () が、 $-10 \times 10^{-6} \sim 30 \times 10^{-6}$ (/) の範囲にあることが好ましい。ここで、- (マイナス) は、収縮することを示している。さらに好ましくは、 $-8 \times 10^{-6} \sim 25 \times 10^{-6}$ (/)、最も好ましくは、 $-5 \times 10^{-6} \sim 20 \times 10^{-6}$ (/) の範囲である。

40

【 0 0 4 0 】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、フィルムの加工工程や使用時の高湿条件下での寸法安定性の観点から、湿度膨張係数 () が、 $1 \times 10^{-6} \sim 20 \times 10^{-6}$ (/ % R H) の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは、 $2 \times 10^{-6} \sim 18 \times 10^{-6}$ (/ % R H)、最も好ましくは、 $3 \times 10^{-6} \sim 15 \times 10^{-6}$ (/ % R H) の範囲である。

50

【0041】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、単層でも2層以上の積層構造でもよい。特に限定されないが、2層以上の積層構造であると、機械的強度が補強されることがあり、より好ましい。また、積層させる場合、2層以上の積層構造の中で、少なくとも1層がポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)からなる。他の層は特に限定されないが、ポリエステルが好ましく例示され、そのポリエステルとしては、特に限定されないが、エチレンテレフタレート、エチレン2,6-ナフタレート単位から選ばれた少なくとも一種の構造単位を主要構成成分とする場合に、特に好ましい。

【0042】

本発明で用いるポリエステル(A)の固有粘度は、特に限定されないが、フィルム成形加工の安定性や芳香族ポリカーボネート(B)との混合性の観点から、0.55~3.0(d1/g)の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは、0.60~2.0(d1/g)である。また、二軸配向ポリエステルフィルムの固有粘度は、特に限定されないが、フィルム成形加工の安定性や寸法安定性などの観点から、0.50~2.0(d1/g)の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは0.55~1.0(d1/g)である。

【0043】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、本発明の効果を阻害しない範囲内で、熱安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、難燃剤、顔料、染料、脂肪酸エステル、ワックスなどの有機滑剤などが添加されてもよい。また、フィルム表面に易滑性や耐磨耗性、耐スクラッチ性等を付与するために、積層フィルムの最外層に無機粒子、有機粒子などを添加することがある。該添加物としては、クレー、マイカ、酸化チタン、炭酸カルシウム、カリオン、タルク、湿式または乾式シリカ、コロイド状シリカ、リン酸カルシウム、硫酸バリウム、アルミナおよびジルコニア等の無機粒子、アクリル酸類、スチレン等を構成成分とする有機粒子、ポリエステル重合反応時に添加する触媒等によって析出する、いわゆる内部粒子や、界面活性剤などがある。

【0044】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの用途は、特に限定されないが、耐熱タッチパネル用、電子回路基盤用、カード用、コンデンサー用などに用いられる。

【0045】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの厚みは、特に限定されないが、2000 μ m以下が好ましく、薄膜用途や作業性などの観点から、より好ましくは10~1000 μ mの範囲であり、さらに好ましくは20~500 μ mの範囲である。

【0046】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、これに他のポリマー層、例えば、ポリカーボネート、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリ塩化ビニリデンまたはアクリル系ポリマーからなる層を直接、あるいは接着剤などの層を介して積層させてもよい。

【0047】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムは、必要に応じて、熱処理、成形、表面処理、ラミネート、コーティング、印刷、エンボス加工、エッチングなどの任意の加工を行ってもよい。

【0048】

本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する際の延伸形式としては、長手方向に延伸した後に幅方向に延伸を行う方法などの一方向ずつの延伸を組み合わせた逐次二軸延伸法や、長手方向と幅方向を同時に延伸する同時二軸延伸法、さらに、逐次二軸延伸法と同時二軸延伸法を組み合わせた方法などが包含される。

【0049】

本発明の二軸配向ポリエステルフィルムの製造方法の例について説明するが、これに限定されるものではない。ここでは、ポリエステル(A)として、ビスフェノールA、つまり、2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンとエチレングリコールから構成される構成単位を共重合させたポリエチレンテレフタレートを用い、芳香族ポリカーボネー

10

20

30

40

50

ト(B)として、ビスフェノールA、つまり、2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンを主原料とした芳香族ポリカーボネート“ユーピロン”(三菱エンジニアリングプラスチック社製)を用いた例を示すが、用いるポリエステルや芳香族ポリカーボネートにより製造条件の詳細は異なる。

【0050】

ポリエチレンテレフタレートは、通常、次のいずれかのプロセスで製造される。すなわち、(1)テレフタル酸とエチレングリコールを原料とし、直接エステル化反応によって低分子量のポリエチレンテレフタレートまたはオリゴマーを得、さらにその後の三酸化アンチモンやチタン化合物を触媒に用いた重縮合反応によってポリマーを得るプロセス、(2)ジメチルテレフタレートとエチレングリコールを原料とし、エステル交換反応によって低分子量体を得、さらにその後の三酸化アンチモンやチタン化合物を触媒に用いた重縮合反応によってポリマーを得るプロセスである。ここで、エステル化は無触媒でも反応は進行するが、エステル交換反応においては、通常、マンガン、カルシウム、マグネシウム、亜鉛、リチウム、チタン等の化合物を触媒に用いて進行させ、またエステル交換反応が実質的に完結した後に、該反応に用いた触媒を不活性化する目的で、リン化合物を添加する場合もある。

10

【0051】

ビスフェノールA、つまり、2,2'-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンとエチレングリコールから構成される構成単位を共重合させたポリエチレンテレフタレートを得るために、例えば、ジメチルテレフタレートとエチレングリコール、さらに、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物を原料として、エステル交換反応によって低分子量体を得、さらに重縮合反応によってポリマーを得ることができる。

20

【0052】

ここで例示する製法においては、テレフタル酸とエチレングリコールまたはビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物とをエステル化させ、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコールまたはビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物をエステル交換反応させた後、重合槽に移送し、真空下で280に加熱して重合反応を進める。ここで、固有粘度が0.5程度のポリエステルを得る。得られたポリエステルをペレット状で減圧下において固相重合する。固相重合する場合は、あらかじめ180以下の温度で予備結晶化させた後、190~250で1mmHg程度の減圧下、10~50時間固相重合させる。また、フィルムを構成するポリエステルの粒子を含有させる方法としては、エチレングリコールに粒子を所定割合にてスラリーの形で分散させ、このエチレングリコールをテレフタル酸と重合させる方法が好ましい。粒子を添加する際には、例えば、粒子を合成時に得られる水ゾルやアルコールゾルを一旦乾燥させることなく添加すると粒子の分散性がよい。また、粒子の水スラリーを直接所定のポリエステルペレットと混合し、ベント式2軸混練押出機を用いて、ポリエステルの練り込む方法も有効である。粒子の含有量、個数を調節する方法としては、上記方法で高濃度の粒子のマスタを作って置き、それを製膜時に粒子を実質的に含有しないポリエステルで希釈して粒子の含有量を調節する方法が有効である。

30

【0053】

次に、該ポリエチレンテレフタレートのペレット(A)と芳香族ポリカーボネートのペレット(B)を、一定の割合で混合して、260~300に加熱されたベント式の2軸混練押出機に供給して、溶融押出する。溶融混練における、より好ましい温度は260~290であり、さらに好ましい温度は260~280である。ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)の粘度を最適化して溶融混練による相溶化の効果を高めるために、溶融混練温度を上記範囲に設定することが好ましいが、特に限定されない。また、溶融混練における滞留時間は0.5~15分が好ましく、より好ましくは1~10分の条件である。さらに、上記条件にて相溶しない場合は、得られたチップを再び二軸押出機に投入し相溶するまで押出を繰り返してもよい。ポリエステル(A)と芳香族ポリカーボネート(B)の混合において熱安定性を高めるために、必要に応じて、有機リン化合物を混

40

50

合してもよい。また、該有機リン化合物はポリエチレンテレフタレートの重合時に混合しておいてもよい。上記混練によって、ポリエチレンテレフタレートと芳香族ポリカーボネートが相溶したポリエステル組成物のペレットを得ることができる。

【0054】

得られた芳香族ポリカーボネート含有ポリエステル組成物のペレットを、180 で3時間以上真空乾燥した後、固有粘度が低下しないように窒素気流下あるいは真空下で280~320 に加熱された押出機に供給し、通常の方法により製膜する。また、この押出機内で異物や変質ポリマーを除去するために各種のフィルター、例えば、焼結金属、多孔性セラミック、サンド、金網などの素材からなるフィルターを用いることが好ましい。また、必要に応じて、定量供給性を向上させるためにギアポンプを設けてもよい。積層フィルムの場合には、2台以上の押出機、マニホールドまたは合流ブロックを用いて、熔融状態のポリエステル/芳香族ポリカーボネート混合物をそれぞれ積層させたシートをスリット状のダイから押出し、キャストイングロール上で冷却して未延伸フィルムを作る。

10

【0055】

次に、この未延伸フィルムを二軸延伸し、二軸配向させる。延伸方法としては、逐次二軸延伸法または同時二軸延伸法を用いることができる。ここでは、最初に長手方向、次に幅方向の延伸を行う逐次二軸延伸法を用いる。延伸温度については、ポリエステル(A)や芳香族ポリカーボネート(B)の構成成分や、積層の構成成分により異なるが、例えば、単層でビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物を10モル%共重合させたポリエチレンテレフタレートと芳香族ポリカーボネート“ユーピロン”(三菱エンジニアリングプラスチック社製)の混合ポリマーからなる場合を例にとって以下説明する。

20

【0056】

未延伸ポリエステルフィルムを加熱ロール群で加熱し、長手方向に2~5倍、好ましくは2.5~4.5倍、さらに好ましくは3~4倍に1段もしくは2段以上の多段で延伸する(MD延伸)。延伸温度はTg(芳香族ポリカーボネートを含んでなるポリエステルのガラス転移温度)~(Tg+60)、好ましくは(Tg+5)~(Tg+55)、さらに好ましくは(Tg+10)~(Tg+50)の範囲である。その後20~50の冷却ロール群で冷却する。特に限定されないが、MD延伸の前に微延伸工程を設けてもよい。その場合の延伸温度は(Tg+10)~(Tg+70)が好ましく、より好ましくは、(Tg+15)~(Tg+60)、さらに好ましくは(Tg+20)~(Tg+50)で、延伸倍率は、1.05~1.8倍が好ましく、より好ましくは1.1~1.5倍、さらに好ましくは、1.15~1.3倍である。この微延伸工程は、ポリマー鎖内およびポリマー鎖間に蓄積されたひずみを除去し、その後の延伸をしやすくするために有効である。MD延伸に続いて、幅方向の延伸方法としては、例えば、テンターを用いる方法が一般的である。このフィルムの両端部をクリップで把持して、テンターに導き、幅方向の延伸を行う(TD延伸)。延伸温度はTg~(Tg+80)が好ましく、より好ましくは(Tg+10)~(Tg+70)、さらに好ましくは(Tg+20)~(Tg+60)の範囲である。延伸倍率は、2.0~6.0倍が好ましく、より好ましくは3.0~5.0倍、さらに好ましくは3.5~4.5倍の範囲である。

30

【0057】

さらに必要に応じて、再縦延伸および/または再横延伸を行う。その場合、フィルムを加熱ロール群で加熱し、長手方向に1.1~2.5倍、好ましくは1.2~2.4倍、さらに好ましくは1.3~2.3倍に再縦延伸し、20~50の冷却ロール群で冷却する。延伸温度はTg~(Tg+100)の範囲が好ましく、より好ましくは(Tg+20)~(Tg+80)の範囲、さらに好ましくは(Tg+40)~(Tg+60)の範囲である。次に、ステンターを用いて再び幅方向の延伸を行う。延伸温度はTg~250の範囲が好ましく、より好ましくは(Tg+20)~240の範囲、さらに好ましくは(Tg+40)~220の範囲である。延伸倍率は1.1~2.5倍の範囲が好ましく、より好ましくは1.15~2.2倍、さらに好ましくは1.2~2.0倍である。

40

【0058】

50

次に、この延伸フィルムを緊張下または幅方向に弛緩しながら熱固定する。好ましい熱固定温度は、150～250、より好ましくは170～245、さらに好ましくは190～240の範囲である。時間は0.2～30秒の範囲で行うのが好ましいが、特に限定されない。さらにこのフィルムを40～180の温度ゾーンで幅方向に弛緩しながら冷却するのが好ましい。弛緩率は、幅方向の熱収縮率を低下させる観点から1～10%であることが好ましく、より好ましくは2～8%、さらに好ましくは3～7%の範囲である。

【0059】

さらに、フィルムを室温まで、必要ならば、長手および幅方向に弛緩処理を施しながら、フィルムを冷やして巻き取り、目的とする二軸配向ポリエステルフィルムを得る。

10

【0060】

[物性の測定方法ならびに効果の評価方法]

特性値の測定方法ならびに効果の評価方法は次の通りである。

【0061】

(1) 島成分の分散径

サンプルを50nmの厚みに超薄切片法で作成し、透過型電子顕微鏡(日立製H-7100FA型)を用いて、加圧電圧100kVの条件下で観察し、4万倍で写真を撮影した。得られた写真をイメージアナライザーに画像として取り込み、任意の100個の島成分を選択し、画像処理を行うことにより、平均粒径として求めた。なお、画像処理中、真円でない島成分は、読み取った面積から同面積を有する真円の島成分へ変換して粒径を算出した。

20

【0062】

(2) ガラス転移温度(Tg)

擬似等温法にて下記装置および条件で比熱測定を行い、JIS K7121に従って決定した。

【0063】

装置: T A Instrument社製温度変調DSC

測定条件:

加熱温度: 270～570K(RCS冷却法)

温度校正: 高純度インジウムおよびスズの融点

温度変調振幅: ±1K

温度変調周期: 60秒

昇温ステップ: 5K

試料重量: 5mg

試料容器: アルミニウム製開放型容器(22mg)

参照容器: アルミニウム製開放型容器(18mg)

なお、ガラス転移温度(Tg)は下記式

ガラス転移温度 = (補外ガラス転移開始温度 + 補外ガラス転移終了温度) / 2

により算出した。

【0064】

(3) ヘイズ

JIS-K-6714に従い、スガ試験機製ヘイズメーターHGM-2DPを用いて、フィルムの厚み方向のヘイズを測定した。

【0065】

(4) ヤング率

ASTM-D882に規定された方法に従って、インストロンタイプの引張試験機を用いて測定した。測定は下記の条件とした。

【0066】

測定装置: オリエンテック(株)製フィルム強伸度自動測定装置“テンシロンAMF/R TA-100”

30

50

試料サイズ：幅 10 mm × 試長間 100 mm

引張り速度：10 mm / 分

測定環境：温度 23 、湿度 65 % RH

(5) 100 における熱収縮率

JIS - C 2318 に従って、測定した。

【0067】

試料サイズ：幅 10 mm、標線間隔 200 mm

測定条件：温度 100 、処理時間 30 分、無荷重状態

100 熱収縮率を次式より求めた。

【0068】

熱収縮率 (%) = $[(L_0 - L) / L_0] \times 100$

L₀ : 加熱処理前の標線間隔

L : 加熱処理後の標線間隔

(6) 150 における熱収縮率

JIS - C 2318 に従って、測定した。

【0069】

試料サイズ：幅 10 mm、標線間隔 200 mm

測定条件：温度 150 、処理時間 30 分、荷重 3 g

150 熱収縮率を次式より求めた。

【0070】

熱収縮率 (%) = $[(L_0 - L) / L_0] \times 100$

L₀ : 加熱処理前の標線間隔

L : 加熱処理後の標線間隔

(7) 温度膨張係数 () (/)

フィルムを幅 4 mm にサンプリングし、試長 20 mm になるように、セイコーインスツルメンツ (株) 製 TMA / SS 6100 にセットした。3 g の荷重をフィルムにかけて、温度を室温 (23) から 170 まで 10 / 分の速度で上昇させ、10 分間保持した後、40 まで温度を 10 / 分の速度で戻した。降温時の 160 から 60 までのフィルムの変位量 (L μm) を測定し、次式から温度膨張係数 () を算出した。

【0071】

温度膨張係数 () (/) = $\{ L / (20 \times 1000) \} / (160 - 60)$

(8) 湿度膨張係数 () (/ % RH)

フィルムを幅 10 mm にサンプリングし、試長 200 mm になるように、大倉インダストリー製のテープ伸び試験器にセットし、温度 30 、湿度 40 % RH に 30 分保持し、その後 10 g 荷重下で 80 % RH まで変化させ 30 分保持した後、変位量 (L mm) を測定し、次式

湿度膨張係数 () (/ % RH) = $(L / 200) / (80 - 40)$

から湿度膨張係数 () を算出した。

【0072】

(9) 固有粘度

オルトクロロフェノール中、25 で測定した溶液粘度から下式により計算される値を用いる。

【0073】

$$s_p / C = [] + K []^2 \cdot C$$

ここで、 $s_p = (\text{溶液粘度} / \text{溶媒粘度}) - 1$ 、C は溶媒 100 ml あたりの溶解ポリマ重量 (g / 100 ml、通常 1.2)、K はハギンス定数 (0.343 とする) である。また、溶液粘度、溶媒粘度はオストワルド粘度計を用いて測定した。

【0074】

(10) タッチパネルの輝度むら

得られた二軸配向ポリエステルフィルムの表面に透明電極層 (ITO 膜) を形成し、IT 50

10

20

30

40

50

O膜を形成したガラス基板とスペーサーを介して、ポリエステルフィルム/I T O膜/スペーサー/I T O膜/ガラス基板の構成でタッチパネル装置を作製した。該タッチパネル装置の輝度むらを23、65%RHの条件下、目視で観察した。その結果、濃淡むらやにじみが少ないものを○として、濃淡むらやにじみが多いものを×とした。

【0075】

さらに、環境変化試験として、該タッチパネル装置を80、90%RHで200時間放置後、23、65%RHで200時間放置した。再度、80、90%RHで200時間放置後、23、65%RHで200時間放置した後の輝度むらを23、65%RHの条件下、目視で観察した。その結果、濃淡むらやにじみが少ないものを○として、濃淡むらやにじみが多いものを×とした。

10

【0076】

【実施例】

次の実施例に基づき、本発明の実施形態を説明する。

【0077】

実施例1

ジメチルテレフタレートを89重量部、エチレングリコールを57重量部、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物(三洋化成製 ニューポールBPE-20)を14重量部、および触媒として酢酸カルシウム1水塩を0.1重量部、三酸化アンチモンを0.03重量部を精留塔が装備された反応容器へ仕込み、150にて内容物を溶解させて攪拌した。反応容器内温度をゆっくり230まで昇温することでエステル交換反応を進め、留出するメタノールを精留塔から留出させた。エステル交換反応が終了した時点でトリメチルリン酸を0.04重量部反応容器内へ添加した。

20

【0078】

その後反応物を重合反応装置へ仕込みなおし、反応装置内の圧力を133Pa以下までゆっくり減圧しながら内容物の温度を290まで昇温して、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物成分が10モル%だけポリエチレンテレフタレートに共重合されたポリエステルペレットを得た。該ペレットのガラス転移温度は77であった。

【0079】

得られたポリエステルのペレット(温度180で3時間真空乾燥)を90重量%と、芳香族ポリカーボネートのペレット“ユーピロン”(登録商標)S-2000(三菱エンジニアプラスチック社製、ガラス転移温度:150)(温度120で3時間真空乾燥)10重量%と、さらに、上記ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの混合物100重量部に対して、有機リン化合物として、モノステアリルアシッドホスフェートおよびジステアリルアシッドホスフェートの混合物(旭電化製AX-71)0.1重量部(リン含有量60~70ppmに相当する)を配合し、270に加熱されたベント式の2軸混練押出機に供給して、滞留時間1分にて溶融押出し、芳香族ポリカーボネートを10重量%含有するポリエステル組成物のペレットを作成した。得られたペレットは透明であった。表1のガラス転移温度は作製されたフィルムが溶融した組成物を測定することで得られたガラス転移温度である。

30

【0080】

温度280に加熱された押出機に、得られた芳香族ポリカーボネート含有ポリエステル組成物のペレットを180で3時間真空乾燥した後に供給し、表面温度25のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着させて冷却固化し、未延伸ポリエステルフィルムを作成した。

40

【0081】

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に、温度105で1.2倍延伸し、続いて温度95で3.5倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度100で4.0倍延伸した。続いて、定長下で温度220で10秒間熱処理後、幅方向に2%の弛緩処理を施し、厚さ188μmの二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0082】

50

得られた二軸配向ポリエステルフィルムの特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおりであり、機械的特性、耐熱性、透明性に優れ、特に耐熱タッチパネル用のフィルムとして優れた特性を有していた。

【0083】

実施例2

実施例1において、芳香族ポリカーボネートの含有量を25重量%に変更し、それ以外は実施例1と同様の方法で未延伸フィルムを作成した。その後、実施例1と同様の延伸条件で厚さ188 μ mの二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0084】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムの特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおりであり、機械的特性、耐熱性、透明性に優れ、特に耐熱タッチパネル用のフィルムとして優れた特性を有していた。

10

【0085】

実施例3

ジメチルテレフタレート(95重量部)、エチレングリコール(61重量部)、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物(三洋化成製 ニューポールBPE-20)を8重量部、および触媒として酢酸カルシウム1水塩を0.1重量部、三酸化アンチモンを0.03重量部を精留塔が装備された反応容器へ仕込み、150にて内容物を溶解させて攪拌した。反応容器内温度をゆっくり230まで昇温することでエステル交換反応を進め、留出するメタノールを精留塔から留出させた。エステル交換反応が終了した時点でトリメチルリン酸を0.04重量部反応容器内へ添加した。

20

【0086】

その後反応物を重合反応装置へ仕込みなおし、反応装置内の圧力を133Pa以下までゆっくり減圧しながら内容物の温度を290まで昇温して、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物成分が5モル%だけポリエチレンテレフタレートに共重合されたポリエステルのペレットを得た。該ペレットのガラス転移温度は78であった。

【0087】

それ以外は、実施例1と同様にして、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0088】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムの特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおりであり、機械的特性、耐熱性、透明性に優れ、特に耐熱タッチパネル用のフィルムとして優れた特性を有していた。

30

【0089】

実施例4

ジメチルテレフタレート(76重量部)、エチレングリコール(49重量部)、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物(三洋化成製 ニューポールBPE-20)を31重量部、および触媒として酢酸カルシウム1水塩を0.1重量部、三酸化アンチモンを0.03重量部を精留塔が装備された反応容器へ仕込み、150にて内容物を溶解させて攪拌した。反応容器内温度をゆっくり230まで昇温することでエステル交換反応を進め、留出するメタノールを精留塔から留出させた。エステル交換反応が終了した時点でトリメチルリン酸を0.04重量部反応容器内へ添加した。

40

【0090】

その後反応物を重合反応装置へ仕込みなおし、反応装置内の圧力を133Pa以下までゆっくり減圧しながら内容物の温度を290まで昇温して、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物成分が25モル%だけポリエチレンテレフタレートに共重合されたポリエステルのペレットを得た。該ペレットのガラス転移温度は77であった。

【0091】

それ以外は、実施例1と同様にして、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0092】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムの特性について測定、評価した結果は、表1、表

50

2に示したとおりであり、機械的特性、耐熱性、透明性に優れ、特に耐熱タッチパネル用のフィルムとして優れた特性を有していた。

【0093】

比較例1

温度280 に加熱された押出機に、実施例1で得られたポリエステルのペレットを180 で3時間真空乾燥した後に供給し、表面温度25 のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着させて冷却固化し、未延伸ポリエステルフィルムを作成した。

【0094】

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に、温度105 で1.2倍延伸し、続いて温度95 で3.5倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度100 で4.0倍延伸した。続いて、定長下で温度220 で10秒間熱処理後、幅方向に2%の弛緩処理を施し、厚さ188 μ mの二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0095】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、芳香族ポリカーボネートを含有しておらず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性に劣ったフィルムであった。

【0096】

比較例2

テレフタル酸ジメチル194重量部とエチレングリコール124重量部に、酢酸マグネシウム4水塩0.1重量部を加え、140~230 でメタノールを留出しつつエステル交換反応を行った。次いで、リン酸トリメチル0.05重量部のエチレングリコール溶液、および三酸化アンチモン0.05重量部を加えて5分間攪拌した後、低重合体を30rpmで攪拌しながら、反応系を230 から290 まで徐々に昇温するとともに、圧力を0.1kPaまで下げた。最終温度、最終圧力到達までの時間はともに60分とした。3時間重合反応させ所定の攪拌トルクとなった時点で反応系を窒素パージし常圧に戻して重縮合反応を停止し、冷水にストランド状に吐出し、直ちにカッティングして固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレートのパelletを得た。

【0097】

温度280 に加熱された押出機に、得られたポリエチレンテレフタレートのパelletを180 で3時間真空乾燥した後に供給し、表面温度25 のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着させて冷却固化し、未延伸ポリエステルフィルムを作成した。

【0098】

それ以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0099】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、芳香族ポリカーボネートを含有しておらず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性に劣ったフィルムであった。

【0100】

比較例3

比較例2と同様にして得たポリエチレンテレフタレートのパellet90重量%と、芳香族ポリカーボネートのパellet“ユーピロン”(登録商標)S-2000(三菱エンジニアプラスチック社製)10重量%と、さらに、上記ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの混合物100重量部に対して、有機リン化合物として、モノステアリルアシッドホスフェートおよびジステアリルアシッドホスフェートの混合物(旭電化製AX-71)0.1重量部(リン含有量60~70ppmに相当する)を配合し、290 に加熱されたペント式の2軸混練押出機に供給して、滞留時間1分にて熔融押出し、芳香族ポリカーボネートを10重量%含有するポリエステル組成物のパelletを作成した。得られたパelletは透明であった。

【0101】

温度280 に加熱された押出機に、得られたポリエステル組成物のパelletを180

で3時間真空乾燥した後に供給し、表面温度25のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着させて冷却固化し、未延伸ポリエステルフィルムを作成した。

【0102】

それ以外は、実施例1と同様にして二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0103】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、芳香族ポリカーボネートを含有しておらず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性に劣ったフィルムであった。

【0104】

比較例4

ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの熔融混練時に有機リン化合物を配合しない以外は、実施例1と同様にして、厚さ188 μ mの二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0105】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、ポリエステルと芳香族ポリカーボネートのエステル交換反応による発泡が発生しており、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性に劣るフィルムであった。

【0106】

比較例5

ジメチルテレフタレート9.8重量部、エチレングリコール6.3重量部、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物(三洋化成製 ニューポールBPE-20)を3重量部、および触媒として酢酸カルシウム1水塩を0.1重量部、三酸化アンチモンを0.03重量部を精留塔が装備された反応容器へ仕込み、150にて内容物を溶解させて攪拌した。反応容器内温度をゆっくり230まで昇温することでエステル交換反応を進め、留出するメタノールを精留塔から留出させた。エステル交換反応が終了した時点でトリメチルリン酸を0.04重量部反応容器内へ添加した。

【0107】

その後反応物を重合反応装置へ仕込みなおし、反応装置内の圧力を133Pa以下までゆっくり減圧しながら内容物の温度を290まで昇温して、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物成分が2モル%だけポリエチレンテレフタレートに共重合されたポリエステルのペレットを得た。該ペレットのガラス転移温度は78であった。

【0108】

それ以外は、実施例1と同様にして、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0109】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、島成分の分散径が本発明の範囲に含まれず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性を劣ったフィルムであった。

【0110】

比較例6

ジメチルテレフタレート6.9重量部、エチレングリコール4.4重量部、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物(三洋化成製 ニューポールBPE-20)を3.9重量部、および触媒として酢酸カルシウム1水塩を0.1重量部、三酸化アンチモンを0.03重量部を精留塔が装備された反応容器へ仕込み、150にて内容物を溶解させて攪拌した。反応容器内温度をゆっくり230まで昇温することでエステル交換反応を進め、留出するメタノールを精留塔から留出させた。エステル交換反応が終了した時点でトリメチルリン酸を0.04重量部反応容器内へ添加した。

【0111】

その後反応物を重合反応装置へ仕込みなおし、反応装置内の圧力を133Pa以下までゆっくり減圧しながら内容物の温度を290まで昇温して、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物成分が3.5モル%だけポリエチレンテレフタレートに共重合されたポリエステルのペレットを得た。該ペレットのガラス転移温度は79であった。

10

20

30

40

50

【0112】

それ以外は、実施例1と同様にして、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0113】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、島成分の分散径が本発明の範囲に含まれず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性を劣ったフィルムであった。

【0114】

比較例7

実施例1で得られたポリエステルのペレット（温度180℃で3時間真空乾燥）を90重量%と、芳香族ポリカーボネートのペレット“ユーピロン”（登録商標）S-2000（三菱エンジニアプラスチック社製、ガラス転移温度：150℃）（温度120℃で3時間真空乾燥）10重量%と、さらに、上記ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの混合物100重量部に対して、有機リン化合物として、モノステアリルアシッドホスフェートおよびジステアリルアシッドホスフェートの混合物（旭電化製AX-71）0.1重量部（リン含有量60～70ppmに相当する）を配合し、温度280℃に加熱された押出機に、得られた芳香族ポリカーボネート含有ポリエステル組成物のペレットを180℃で3時間真空乾燥した後に供給し、表面温度25℃のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着させて冷却固化し、未延伸ポリエステルフィルムを作成した。

10

【0115】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、島成分の分散径が本発明の範囲に含まれず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性を劣ったフィルムであった。

20

【0116】

比較例8

実施例1で得られたポリエステルのペレット（温度180℃で3時間真空乾燥）を90重量%と、芳香族ポリカーボネートのペレット“ユーピロン”（登録商標）S-2000（三菱エンジニアプラスチック社製、ガラス転移温度：150℃）（温度120℃で3時間真空乾燥）10重量%と、さらに、上記ポリエステルと芳香族ポリカーボネートの混合物100重量部に対して、有機リン化合物として、モノステアリルアシッドホスフェートおよびジステアリルアシッドホスフェートの混合物（旭電化製AX-71）0.1重量部（リン含有量60～70ppmに相当する）を配合し、315℃に加熱されたベント式の2軸混練押出機に供給して、滞留時間1分にて熔融押し出し、芳香族ポリカーボネートを10重量%含有するポリエステル組成物のペレットを作成した。得られたペレットは透明であった。

30

【0117】

それ以外は実施例1と同様にして、二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0118】

得られた二軸配向ポリエステルフィルムは、島成分の分散径が本発明の範囲に含まれず、その特性について測定、評価した結果は、表1、表2に示したとおり、寸法安定性や耐熱性を劣ったフィルムであった。

40

【0119】

【表1】

表 1

	芳香族 ポリカーボネート 含有量 [重量%]	ポリエステル の共重合成分 [モル%]	ガラス 転移温度 [°C]	島成分の 分散径 [μm]	ヘイズ [%]
実施例 1	10	10	85	0.07	2
実施例 2	25	10	92	0.22	3
実施例 3	10	5	84	0.65	7
実施例 4	10	25	86	0.05	1
比較例 1	0	0	77	--	1
比較例 2	0	10	78	--	1
比較例 3	10	0	84	4.5	95
比較例 4	0	10	83	2.0	75
比較例 5	10	2	83	1.2	8
比較例 6	10	35	86	0.007	1
比較例 7	10	10	80	1.8	84
比較例 8	10	10	81	1.6	80

【 0 1 2 0 】

【 表 2 】

表 2

	熱収縮率 (100℃, 30分) MD/TD [%]	熱収縮率 (150℃, 30分) MD/TD [%]	温度膨張係数 MD/TD [10 ⁻⁶ /°C]	湿度膨張係数 MD/TD [10 ⁻⁶ /%RH]	タッチパネルの輝度むら	
					環境試験前	環境試験後
実施例 1	0.2 / 0.2	0.5 / 0.4	17 / 14	14 / 14	○	○
実施例 2	0.1 / 0.1	0.3 / 0.3	15 / 13	13 / 13	○	○
実施例 3	0.4 / 0.4	0.8 / 1.0	27 / 22	18 / 17	○	○
実施例 4	0.3 / 0.2	0.4 / 0.3	21 / 19	17 / 15	○	○
比較例 1	0.4 / 0.3	2.5 / 2.7	38 / 35	18 / 18	○	×
比較例 2	0.5 / 0.6	2.2 / 2.5	35 / 32	19 / 18	○	×
比較例 3	0.4 / 0.5	1.5 / 1.7	28 / 23	17 / 17	×	×
比較例 4	1.8 / 2.0	3.2 / 3.0	32 / 30	25 / 25	×	×
比較例 5	0.5 / 0.5	0.9 / 1.2	31 / 27	18 / 17	×	×
比較例 6	0.2 / 0.2	0.3 / 0.3	33 / 30	18 / 18	×	×
比較例 7	0.5 / 0.6	2.2 / 2.5	35 / 32	18 / 19	×	×
比較例 8	0.5 / 0.6	2.1 / 2.3	32 / 30	18 / 18	×	×

(注) MD/TD : 74μm長手方向/幅方向

10

20

30

40

50

【 0 1 2 1 】

【 発明の効果 】

本発明によれば、高強度、耐熱性、寸法安定性、透明性などに優れた高品質の二軸配向ポリエステルフィルムとすることができ、例えば、耐熱タッチパネル用、電子回路基盤用、カード用、コンデンサー用などに好適に用いられる二軸配向ポリエステルフィルムを得ることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4F210 AA24 AA28 AB22 AG01 AH33 QC05 QC06 QG01 QG18
4J002 CF001 CF041 CG002