

(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2017-185777

(P2017-185777A)

(43) 公開日 平成29年10月12日(2017.10.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 3 2 B 27/36 (2006.01)	B 3 2 B 27/36	4 F 0 0 6
B 3 2 B 27/30 (2006.01)	B 3 2 B 27/30	A 4 F 1 0 0
C 0 8 J 7/04 (2006.01)	C 0 8 J 7/04	C F D A

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2016-221595 (P2016-221595)	(71) 出願人	000006035 三菱ケミカル株式会社 東京都千代田区丸の内1-1-1
(22) 出願日	平成28年11月14日 (2016.11.14)	(72) 発明者	中山 慧美 滋賀県米原市井之口 347番地 三菱樹 脂株式会社 ポリエステルフィルム開発セ ンター内
(31) 優先権主張番号	特願2016-71221 (P2016-71221)	(72) 発明者	川崎 泰史 滋賀県米原市井之口 347番地 三菱樹 脂株式会社 ポリエステルフィルム開発セ ンター内
(32) 優先日	平成28年3月31日 (2016.3.31)	F ターム (参考)	4F006 AA35 AB24 AB32 AB34 BA03 CA05 CA08 EA05 EA06 4F100 AK25B AK41A BA02 BA03 BA07 CA02B EH46B GB41 JK12C JN01 JN06
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

(54) 【発明の名称】 積層ポリエステルフィルムおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高温にさらされた際にフィルム表面から析出するオリゴマーを抑えることができ、フィルムの保管時、使用時、加工時等に、オリゴマーに伴う不具合を発生させず、かつ各種上塗り層に対して良好な接着性を示す、優れた特性を有するポリエステルフィルムを提供する。

【解決手段】 酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布液から形成された層を、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム、および、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布液をインラインコーティング法により塗布して塗布層を形成することを特徴とする積層ポリエステルフィルムの製造方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ（メタ）アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布層を、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム。

【請求項 2】

ポリエステルフィルムの塗布層上にハードコート層を有する請求項 1 に記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項 3】

ヘーズが 5 . 0 % 以下である請求項 1 に記載の積層ポリエステルフィルム。

10

【請求項 4】

ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ（メタ）アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布液をインラインコーティング法により塗布して塗布層を形成することを特徴とする積層ポリエステルフィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、例えば高温にさらされた後もフィルムからのオリゴマー（ポリエステルの低分子量成分、特にエステル環状三量体）の析出が少ない積層ポリエステルフィルムに関するものである。

20

【背景技術】**【0002】**

ポリエステルフィルムは、透明性、寸法安定性、機械的特性、耐熱性、電気的特性などに優れ、さまざまな分野で使用されている。

【0003】

特に近年、タッチパネル等への使用が増えている、透明導電性積層体の基材として、ガラスの代わりに使用されることが増えてきている。かかる透明導電性積層体として、ポリエステルフィルムを基材とし、その上に直接、あるいはアンカー層を介して、ITO（酸化インジウムスズ）膜がスパッタリングで形成されているものがある。かかる二軸延伸ポリエステルフィルムは、加熱加工されることが一般的である。

30

【0004】

例えば、低熱収縮化のために、150 で 1 時間放置する（特許文献 1）、ITO の結晶化のために 150 で熱処理を行う（特許文献 2）等の処理がある。

【0005】

しかし、ポリエステルフィルムの問題として、このような高温長時間の処理にさらされると、フィルム中に含有されるエステル環状三量体が、フィルム表面に析出・結晶化することで、フィルム外観の白化による視認性の低下、後加工の欠陥、工程内や部材の汚染などが起こる。そのため、ポリエステルフィルムを基材とした透明導電性積層体の特性は、十分に満足のいくものとは言えない。

40

【0006】

さらに、上述のエステル環状三量体析出防止策として、例えば、ポリエステルフィルム上にシリコーン樹脂とイソシアネート系樹脂の架橋体からなる硬化性樹脂層を設けることが提案されている（特許文献 3）。しかしながら、当該硬化性樹脂層は熱硬化により形成されるもので、膜厚が厚くイソシアネート系樹脂のブロック化剤の解離のために高温処理が必要となり、加工中にカールや、たるみが発生しやすい状況にあり、取り扱いに注意が必要である。

【0007】

そのため、塗布層によるエステル環状三量体析出量の低減策を講じる場合には、従来よりも一段と高度な耐熱性を有し、かつ塗布層自体のエステル環状三量体封止性能が良好で

50

あることが必要とされる状況にある。

【0008】

さらに、例えば、タッチパネルに使用されるポリエステルフィルムでは、カール防止や耐擦傷性の向上、表面硬度等の性能を向上させるために、ハードコート加工されることが多い。そのため、ハードコートとの接着性にも優れた塗布層を有するポリエステルフィルムが求められている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開2007-42473号公報

【特許文献2】特開2007-200823号公報

【特許文献3】特開2007-320144号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、上記実情に鑑みなされたものであって、その解決課題は、例えば高温にさらされた際にフィルムから析出するエステル環状三量体を抑え、フィルム保管時、フィルム使用時、フィルム加工時等において、エステル環状三量体に伴う不具合を発生させない積層ポリエステルフィルムを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明者らは、上記の課題に関して鋭意検討を重ねた結果、特定の塗布層を設けることにより、上記課題が解決されることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0012】

すなわち、本発明の要旨は、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布層を、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム、および、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂と、架橋剤とを含有する塗布液をインラインコーティング法により塗布して塗布層を形成することを特徴とする積層ポリエステルフィルムの製造方法に存する。

【発明の効果】

【0013】

本発明の積層ポリエステルフィルムによれば、高温長時間の処理を行っても、表面からのエステル環状三量体の析出が抑制されているために、ヘーズの上昇や異物の生成がなく、さらにハードコート層などの各種上塗り層に対して、優れた密着性を有した製品を得ることができ、その工業的な利用価値は高い。

【発明を実施するための形態】

【0014】

本発明における積層ポリエステルフィルムを構成するポリエステルフィルムは単層構成であっても多層構成であってもよく、2層、3層構成以外にも本発明の要旨を越えない限り、4層またはそれ以上の多層であってもよく、特に限定されるものではない。2層以上の多層構成とし、それぞれの層に特徴を持たせ、多機能化を図ることが好ましい。

【0015】

本発明の積層ポリエステルフィルムの基材フィルムは、ポリエステルからなるものである。かかるポリエステルは、ホモポリエステルであっても共重合ポリエステルであってもよい。ホモポリエステルからなる場合、芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールとを重合させて得られるものが好ましい。芳香族ジカルボン酸としては、テレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸などが挙げられ、脂肪族グリコールとしては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール等が挙げられる。代

10

20

30

40

50

表的なポリエステルとしては、ポリエチレンテレフタレート等が例示される。一方、共重合ポリエステルのジカルボン酸成分としては、イソフタル酸、フタル酸、テレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、オキシカルボン酸（例えば、p-オキシ安息香酸など）等の一種または二種以上が挙げられ、グリコール成分として、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、4-シクロヘキサジメタノール、ネオペンチルグリコール等の一種または二種以上が挙げられる。

【0016】

ポリエステルの重合触媒としては、特に制限はなく、従来公知の化合物を使用することができ、例えば、アンチモン化合物、チタン化合物、ゲルマニウム化合物、マンガン化合物、アルミニウム化合物、マグネシウム化合物、カルシウム化合物等が挙げられる。この中でも、チタン化合物やゲルマニウム化合物は触媒活性が高く、少量で重合を行うことが可能であり、フィルム中に残留する金属量が少ないことから、フィルムの透明性が高くなるため好ましく、また、アンチモン化合物は安価であることから好ましい。

10

【0017】

本発明においては、熱処理後のエステル環状三量体の析出量を抑えるために、エステル環状三量体の含有量が少ないポリエステルの原料としてフィルムを製造することが挙げられる。エステル環状三量体の含有量が少ないポリエステルの製造方法としては、種々公知の方法を用いることができ、例えば、ポリエステル製造後に固相重合する方法等が挙げられる。

20

【0018】

ポリエステルフィルムを3層以上の構成とし、ポリエステルフィルムの最外ポリエステル層にエステル環状三量体の含有量が少ないポリエステル原料を用いた層を設計することで、熱処理後のエステル環状三量体の析出量を抑える方法も可能である。

【0019】

本発明のフィルムのポリエステル層中には、易滑性の付与および各工程での傷発生防止を主たる目的として、粒子を配合することも可能である。粒子を配合する場合、配合する粒子の種類は、易滑性付与可能な粒子であれば特に限定されるものではなく、具体例としては、例えば、シリカ、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、炭酸バリウム、硫酸カルシウム、リン酸カルシウム、リン酸マグネシウム、カオリン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等の無機粒子、アクリル樹脂、スチレン樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ベンゾグアナミン樹脂等の有機粒子等が挙げられる。さらに、ポリエステル製造工程中、触媒等の金属化合物の一部を沈殿、微分散させた析出粒子を用いることもできる。これらの中でも特に少量で効果が出やすいという点でシリカ粒子や炭酸カルシウム粒子が好ましい。

30

【0020】

また、粒子の平均粒径は、好ましくは5.0 μm 以下、より好ましくは0.01~3.0 μm の範囲である。平均粒径が5.0 μm を超える場合には、フィルムの表面粗度が粗くなりすぎて、後工程の種々の加工で不具合が生じる場合がある。また、上記範囲で使用することで、ヘーズが低く抑えられ、フィルム全体として透明性を確保しやすい。

40

【0021】

さらにポリエステル層中の粒子含有量は、好ましくは5重量%未満、より好ましくは0.0003~1重量%の範囲、さらに好ましくは0.0005~0.5重量%の範囲である。粒子がない場合、あるいは少ない場合は、フィルムの透明性が高くなり、良好なフィルムとなるが、滑り性が不十分となる場合があるため、塗布層中に粒子を入れることにより、滑り性を向上させる等の工夫が必要な場合がある。また、粒子含有量が多い場合にはヘーズが高くなり、透明性に欠けることから、例えば、種々の検査時に、異物等の欠陥検査の難易度が上がってしまう等の不具合が生じる場合がある。

【0022】

使用する粒子の形状に関しても特に限定されるわけではなく、球状、塊状、棒状、扁平

50

状等のいずれを用いてもよい。また、その硬度、比重、色等についても特に制限はない。これら一連の粒子は、必要に応じて2種類以上を併用してもよい。

【0023】

ポリエステル層中に粒子を添加する方法としては、特に限定されるものではなく、従来公知の方法を採用しうる。例えば、各層を構成するポリエステルの製造する任意の段階において添加することができるが、好ましくはエステル化もしくはエステル交換反応終了後、添加するのが良い。

【0024】

なお、本発明におけるポリエステルフィルム中には、上述の粒子以外に必要なに応じて従来公知の紫外線吸収剤、酸化防止剤、帯電防止剤、熱安定剤、潤滑剤、染料、顔料等を添加することができる。

10

【0025】

本発明におけるポリエステルフィルムの厚みは、フィルムとして製膜可能な範囲であれば特に限定されるものではないが、通常10～300 μm 、好ましくは20～250 μm の範囲である。

【0026】

本発明のフィルムの製膜方法としては、通常知られている製膜法を採用でき、特に制限はない。例えば、二軸延伸ポリエステルフィルムを製造する場合、まず先に述べたポリエステル原料を、押出機を用いてダイから溶融押し出しし、溶融シートを冷却ロールで冷却固化して未延伸シートを得る。この場合、シートの平面性を向上させるためシートと回転冷却ドラムとの密着性を高めることが好ましく、静電印加密着法や液体塗布密着法が好ましく採用される。次に得られた未延伸シートを一方向にロールまたはテンター方式の延伸機により延伸する。延伸温度は、通常70～120、好ましくは80～110であり、延伸倍率は通常2.5～7倍、好ましくは3.0～6倍である。次いで、一段目の延伸方向と直交する方向に、通常70～170で、延伸倍率は通常2.5～7倍、好ましくは3.0～6倍で延伸する。引き続き180～270の温度で緊張下または30%以内の弛緩下で熱処理を行い、二軸配向フィルムを得る方法が挙げられる。上記の延伸においては、一方向の延伸を2段階以上で行う方法を採用することもできる。その場合、最終的に二方向の延伸倍率がそれぞれ上記範囲となるように行うのが好ましい。

20

【0027】

また、本発明においては積層ポリエステルフィルムを構成するポリエステルフィルム製造に関しては同時二軸延伸法を採用することもできる。同時二軸延伸法は、前記の未延伸シートを通常70～120、好ましくは80～110で温度コントロールされた状態で機械方向および幅方向に同時に延伸し配向させる方法であり、延伸倍率としては、面積倍率で4～50倍、好ましくは7～35倍、さらに好ましくは10～25倍である。そして、引き続き、180～270の温度で緊張下または30%以内の弛緩下で熱処理を行い、延伸配向フィルムを得る。上述の延伸方式を採用する同時二軸延伸装置に関しては、スクリー方式、パンタグラフ方式、リニア駆動方式等、従来公知の延伸方式を採用することができる。

30

【0028】

次に、本発明における積層ポリエステルフィルムを構成する塗布層の形成について説明する。塗布層に関しては、ポリエステルフィルムの製膜工程中にフィルム表面を処理する、インラインコーティングにより設けられてもよく、一旦製造したフィルム上に系外で塗布する、オフラインコーティングを採用してもよい。より好ましくはインラインコーティングにより形成されるものである。

40

【0029】

インラインコーティングは、ポリエステルフィルム製造の工程内でコーティングを行う方法であり、具体的には、ポリエステルの溶融押し出ししてから延伸後熱固定して巻き上げるまでの任意の段階でコーティングを行う方法である。通常は、溶融、急冷して得られる未延伸シート、延伸された一軸延伸フィルムの何れかにコーティングする。

50

【0030】

以下に限定するものではないが、例えば逐次二軸延伸においては、特に長手方向（縦方向）に延伸された一軸延伸フィルムにコーティングした後に横方向に延伸する方法が優れている。かかる方法によれば、製膜と塗布層形成を同時に行うことができるため製造コスト上のメリットがあり、また、コーティング後に延伸を行うために、塗布層の厚みを延伸倍率により変化させることもでき、オフラインコーティングに比べ、薄膜コーティングをより容易に行うことができる。

【0031】

また、延伸前にフィルム上に塗布層を設けることにより、塗布層を基材フィルムと共に延伸することができ、それにより塗布層を基材フィルムに強固に密着させることができる。さらに、二軸延伸ポリエステルフィルムの製造において、クリップ等によりフィルム端部を把持しつつ延伸することで、フィルムを縦および横方向に拘束することができ、熱固定工程において、しわ等が入らず平面性を維持したまま高温をかけることができる。

10

【0032】

それゆえ、コーティング後に施される熱処理が他の方法では達成されない高温とすることができるために、塗布層の造膜性が向上し、塗布層と基材フィルムをより強固に密着させることができ、さらには、強固な塗布層とすることができる。

【0033】

本発明の塗布層は、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり、かつ（メタ）アクリル酸エステル構造を有する樹脂、および架橋剤を含有する塗布層を、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に有することを必須の要件とするものである。なお、塗布層には、その他の成分を含有していても構わない。

20

【0034】

以下、アクリル酸およびメタクリル酸をあわせて（メタ）アクリル酸と略記する場合がある。

【0035】

（メタ）アクリル酸エステル構造としては、（メタ）アクリル酸エステルまたは（メタ）アクリル酸エステルに置換基が導入された誘導体のことである。

【0036】

（メタ）アクリル酸エステルとしては、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸 - n - プロピル、（メタ）アクリル酸 - i - プロピル、（メタ）アクリル酸 - n - ブチル、（メタ）アクリル酸 - i - ブチル、（メタ）アクリル酸 - t - ブチル、（メタ）アクリル酸 - n - オクチル、（メタ）アクリル酸 - i - オクチル、（メタ）アクリル酸 - t - オクチル、（メタ）アクリル酸 - 2 - エチルヘキシル、等のアクリル酸および/またはメタクリル酸の炭素数 1 ~ 18 のアルキルエステルやその他、アクリル酸シクロヘキシル等のシクロ炭素数 5 ~ 12 のシクロアルキルエステル、アクリル酸ベンジル炭素数 7 ~ 12 のアラルキルエステルなどが挙げられる。これらの中でも加熱処理によるエステル環状三量体の析出防止効果の観点から、エステル記末端に有するアルキル基の炭素数が 4 以下のアクリル酸エステル、メタクリル酸エステルが好適に用いられる。

30

40

【0037】

酸基を有するモノマーとしては、分子内に 1 つ以上のカルボキシル基、スルホン酸基、リン酸基を含む不飽和化合物のことである。加熱処理によるエステル環状三量体の析出防止効果の観点から、カルボキシル基を有するモノマーが好ましい。

【0038】

酸基を有するモノマーとしては、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸などのカルボン酸基を有するモノマー、スルホン酸、キシレンスルホン酸、メシチレンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸などのスルホン酸を有するモノマー、リン酸、二リン酸、ジメチルリン酸、ジメチルアリル二リン酸などのリン酸基を有するモノマーが挙げられる。加熱処理によるエステル環状三量体の析出

50

防止効果の観点から、好ましくはアクリル酸またはメタクリル酸、より好ましくはメタクリル酸である。

【0039】

酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂には、酸基を有するモノマーおよび(メタ)アクリル酸構造と共重合可能な他の重合性モノマーを組み合わせることも可能である。共重合可能なモノマーとしては、例えば、(メタ)アクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、N-メチロールアクリルアミドまたは(メタ)アクリロニトリル等のような種々の窒素含有化合物、プロピオン酸ビニル、酢酸ビニルのような各種のビニルエステル類； -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン等のような種々の珪素含有重合性モノマー類； 燐含有ビニル系モノマー類； 塩化ビニル、塩化ビリデンのような各種のハロゲン化ビニル類； ブタジエンのような各種共役ジエン類等が挙げられる。

10

【0040】

酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂中の酸基を有するモノマーの割合は通常1モル%、好ましくは10~90モル%、より好ましくは25~70モル%、さらに好ましくは40~60モル%の範囲である。酸基を有するモノマーの割合が1モル%未満の場合は、加熱処理によるエステル環状三量体の析出を効果的に抑えられない。

【0041】

本発明における積層ポリエステルフィルムを構成する塗布層中の割合として、酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂は、通常1重量%以上、好ましくは5~80重量%、より好ましくは10~70重量%、さらに好ましくは15~40重量%の範囲である。1重量%未満の場合、加熱処理によるエステル環状三量体の析出を効果的に抑えられない。上記範囲で使用することにより、加熱処理によるフィルム表面へのエステル環状三量体の析出を抑えることができる。

20

【0042】

本発明のフィルムの塗布層に含有する架橋剤として、種々公知の架橋剤が使用できるが、例えば、メラミン化合物、オキサゾリン化合物、エポキシ化合物、イソシアネート系化合物、カルボジイミド系化合物、シランカップリング化合物等が挙げられる、これらの中でもハードコート層などの上塗り層を設ける場合の上塗り層との接着性を向上させるという観点から、オキサゾリン化合物、エポキシ化合物、イソシアネート系化合物、カルボジイミド系化合物が好適に用いられ、オキサゾリン化合物、イソシアネート化合物、カルボジイミド化合物が特に好適に用いられる。2種以上の架橋剤を用いる場合、よりエステル環状三量体の析出を抑えるという観点から、メラミン化合物とオキサゾリン化合物、メラミン化合物とエポキシ化合物の組み合わせが好適に用いられる。

30

【0043】

本発明のフィルムの塗布層中に含有するメラミン化合物とは、化合物中にメラミン骨格を有する化合物のことであり、例えば、アルキロール化メラミン誘導体、アルキロール化メラミン誘導体にアルコールを反応させて部分的あるいは完全にエーテル化した化合物、およびこれらの混合物を用いることができる。エーテル化に用いるアルコールとしては、メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブタノール、イソブタノール等が好適に用いられる。また、メラミン化合物としては、単量体、あるいは2量体以上の多量体のいずれであってもよく、あるいはこれらの混合物を用いてもよい。さらに、メラミンの一部に尿素等を共縮合したものも使用できるし、メラミン化合物の反応性を上げるために触媒を使用することも可能である。

40

【0044】

オキサゾリン化合物とは、分子内にオキサゾリン基を有する化合物であり、特にオキサゾリン基を含有する重合体が好ましく、付加重合性オキサゾリン基含有モノマー単独もしくは他のモノマーとの重合によって作成できる。付加重合性オキサゾリン基含有モノマーは、2-ビニル-2-オキサゾリン、2-ビニル-4-メチル-2-オキサゾリン、2-

50

ビニル - 5 - メチル - 2 - オキサゾリン、2 - イソプロペニル - 2 - オキサゾリン、2 - イソプロペニル - 4 - メチル - 2 - オキサゾリン、2 - イソプロペニル - 5 - エチル - 2 - オキサゾリン等を挙げることができ、これらの中から1種または2種以上の混合物を使用することができる。これらの中でも2 - イソプロペニル - 2 - オキサゾリンが工業的にも入手しやすく好適である。他のモノマーは、付加重合性オキサゾリン基含有モノマーと共重合可能なモノマーであれば制限なく、例えばアルキル(メタ)アクリレート(アルキル基としては、メチル基、エチル基、n - プロピル基、イソプロピル基、n - ブチル基、イソブチル基、t - ブチル基、2 - エチルヘキシル基、シクロヘキシル基)等の(メタ)アクリル酸エステル類；アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、スチレンスルホン酸およびその塩(ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩、第三級アミン塩等)等の不飽和カルボン酸類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等の不飽和ニトリル類；(メタ)アクリルアミド、N - アルキル(メタ)アクリルアミド、N, N - ジアルキル(メタ)アクリルアミド、(アルキル基としては、メチル基、エチル基、n - プロピル基、イソプロピル基、n - ブチル基、イソブチル基、t - ブチル基、2 - エチルヘキシル基、シクロヘキシル基等)等の不飽和アミド類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル類；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル等のビニルエーテル類；エチレン、プロピレン等の - オレフィン類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル等の含ハロゲン - 不飽和モノマー類；スチレン、 - メチルスチレン、等の - 不飽和芳香族モノマー等を挙げることができ、これらの中から1種または2種以上のモノマーを使用することができる。

10

20

【0045】

本発明における積層ポリエステルフィルムを構成する塗布層を形成する塗布液中に含有されるオキサゾリン化合物のオキサゾリン基量は、通常0.5 ~ 10 mmol/g、好ましくは2 ~ 9 mmol/g、より好ましくは4 ~ 7 mmol/gの範囲である。上記範囲で使用することで、ハードコート層等の上塗り層に対する接着性が向上し、加熱によるフィルム表面へのエステル環状三量体の析出防止にも効果的である。

【0046】

エポキシ化合物とは、分子内にエポキシ基を有する化合物であり、例えば、エピクロロヒドリンとエチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、ビスフェノールA等の水酸基やアミノ基との縮合物が挙げられ、ポリエポキシ化合物、ジエポキシ化合物、モノエポキシ化合物、グリシジルアミン化合物等がある。ポリエポキシ化合物としては、例えば、ソルビトールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、トリグリシジルトリス(2 - ヒドロキシエチル)イソシアネート、グリセロールポリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパンポリグリシジルエーテル、ジエポキシ化合物としては、例えば、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、1, 6 - ヘキサンジオールジグリシジルエーテル、レゾルシンジグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリテトラメチレングリコールジグリシジルエーテル、モノエポキシ化合物としては、例えば、アリルグリシジルエーテル、2 - エチルヘキシルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、グリシジルアミン化合物としてはN, N, N', N' - テトラグリシジル - m - キシリレンジアミン、1, 3 - ビス(N, N - ジグリシジルアミノ)シクロヘキサン等が挙げられる。

30

40

【0047】

イソシアネート系化合物とは、イソシアネート、あるいはブロックイソシアネートに代表されるイソシアネート誘導体構造を有する化合物のことである。イソシアネートとしては、例えば、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、メチレンジフェニルジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート等の芳香族イソシアネート、 - テトラメチルキシリレンジイソシアネート

50

等の芳香環を有する脂肪族イソシアネート、メチレンジイソシアネート、プロピレンジイソシアネート、リジンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等の脂肪族イソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、メチレンビス(4-シクロヘキシルイソシアネート)、イソプロピリデンジシクロヘキシルジイソシアネート等の脂環族イソシアネート等が例示される。また、これらイソシアネートのビュレット化物、イソシアヌレート化物、ウレトジオン化物、カルボジイミド変性体等の重合体や誘導體も挙げられる。これらは単独で用いても、複数種併用してもよい。上記イソシアネートの中でも、紫外線による黄変を避けるために、芳香族イソシアネートよりも脂肪族イソシアネートまたは脂環族イソシアネートがより好ましい。

10

【0048】

ブロックイソシアネートの状態で使用する場合、そのブロック剤としては、例えば重亜硫酸塩類、フェノール、クレゾール、エチルフェノールなどのフェノール系化合物、プロピレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコール、ベンジルアルコール、メタノール、エタノールなどのアルコール系化合物、マロン酸ジメチル、マロン酸ジエチル、アセト酢酸メチル、アセト酢酸エチル、アセチルアセトンなどの活性メチレン系化合物、ブチルメルカプタン、ドデシルメルカプタンなどのメルカプタン系化合物、カプロラクタム、バレロラクタムなどのラクタム系化合物、ジフェニルアニリン、アニリン、エチレンジイミンなどのアミン系化合物、アセトアニリド、酢酸アミドの酸アミド化合物、ホルムアルデヒド、アセトアルドオキシム、アセトンオキシム、メチルエチルケトンオキシム、シクロヘキサノンオキシムなどのオキシム系化合物が挙げられ、これらは単独でも2種以上の併用であってもよい。

20

【0049】

また、本発明におけるイソシアネート系化合物は単体で用いてもよいし、各種ポリマーとの混合物や結合物として用いてもよい。イソシアネート系化合物の分散性や架橋性を向上させるという意味において、ポリエステル樹脂やウレタン樹脂との混合物や結合物を使用することが好ましい。

【0050】

カルボジイミド系化合物とは、カルボジイミド構造を有する化合物のことであり、塗布層上に形成され得る各種の表面機能層との密着性の向上や、塗布層の耐湿熱性の向上のために用いられるものである。カルボジイミド系化合物は従来公知の技術で合成することができ、一般的には、ジイソシアネート化合物の縮合反応が用いられる。ジイソシアネート化合物としては、特に限定されるものではなく、芳香族系、脂肪族系いずれも使用することができ、具体的には、トリレンジイソシアネート、キシレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジシクロヘキシルジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネートなどが挙げられる。

30

【0051】

カルボジイミド系化合物とは、カルボジイミド構造を有する化合物のことであり、塗布層上に形成され得る各種の表面機能層との密着性の向上や、塗布層の耐湿熱性の向上のために用いられるものである。カルボジイミド系化合物は従来公知の技術で合成することができ、一般的には、ジイソシアネート化合物の縮合反応が用いられる。ジイソシアネート化合物としては、特に限定されるものではなく、芳香族系、脂肪族系いずれも使用することができ、具体的には、トリレンジイソシアネート、キシレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジシクロヘキシルジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシ

40

50

アネートなどが挙げられる。

【0052】

カルボジイミド系化合物に含有されるカルボジイミド基の含有量は、カルボジイミド当量（カルボジイミド基1molを与えるためのカルボジイミド化合物の重さ〔g〕）で、通常100～1000、好ましくは250～800、より好ましくは300～650の範囲である。上記範囲で使用することで、塗膜の耐久性が向上する。

【0053】

本発明における積層ポリエステルフィルムを構成する塗布層中の割合として、架橋剤は通常1重量%以上、好ましくは5～95重量%、より好ましくは30～90重量%、さらに好ましくは55～80重量%の範囲である。架橋剤を2種以上使用し、うち1種にオキサゾリン化合物もしくはエポキシ化合物を使用する場合、オキサゾリン化合物もしくはエポキシ化合物は好ましくは5～90重量%、より好ましくは10～70重量%以下、さらに好ましくは20～50重量%の範囲である。架橋剤を2種以上使用し、うち1種にメラミン化合物を使用する場合、好ましくは5～90重量%、より好ましくは10～70重量%、さらに好ましくは10～40重量%の範囲である。1重量%未満の場合、ハードコート層などの上塗り層との接着性が悪化する。

【0054】

また、本発明のフィルムの塗布層の形成には、塗布外観の向上等のためにポリマーを併用することも可能である。しかしながら併用した場合、量が多すぎると加熱処理によるエステル環状三量体の析出を効果的に抑えられないことがある。

【0055】

ポリマーの具体例としては、5モル%以上の酸基を有さないモノマーで構成された（メタ）アクリル酸エステル構造を含有する樹脂、ポリエステル樹脂、ウレタン樹脂、ポリビニル（ポリビニルアルコール等）、導電性ポリマー、ポリアルキレングリコール、ポリアルキレンイミン、メチルセルロース、ヒドロキシセルロース、でんぷん類等が挙げられる。

【0056】

また、塗布層の形成にはブロッキング、滑り性改良を目的として粒子を併用することも可能である。その平均粒径は、フィルムの透明性の観点から、好ましくは1.0μm以下、さらに好ましくは0.5μm以下、特に好ましくは0.2μm以下の範囲である。また、下限は滑り性をより効果的に向上させるために、好ましくは0.01μm以上、より好ましくは0.03μm以上、特に好ましくは塗布層の膜厚よりも大きい範囲である。粒子の具体例としてはシリカ、アルミナ、カオリン、炭酸カルシウム、有機粒子等が挙げられる。それらの中でも、透明性の観点からシリカが好ましい。

【0057】

さらに、本発明の主旨を損なわない範囲において、塗布層の形成には必要に応じて消泡剤、塗布性改良剤、増粘剤、有機系潤滑剤、帯電防止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、発泡剤、染料、顔料等を併用することも可能である。

【0058】

また、塗布層の厚さは、最終的に得られるフィルム上の塗布層の厚さとして、通常0.003μm～1μmの範囲であり、好ましくは0.005μm～0.5μm、さらに好ましくは0.01μm～0.2μm、特に好ましくは0.04μm～0.09μmの範囲である。厚さが0.003μmより薄い場合には、フィルムから析出するエステル環状三量体の量が十分に少なくなることがある。また、1μmより厚い場合には、塗布層の外観の悪化や、ブロッキングしやすくなるなどの問題が生じることがある。

【0059】

ポリエステルフィルムに塗布液を塗布する方法としては、例えば、エアドクターコート、ブレードコート、ロッドコート、バーコート、ナイフコート、スクイズコート、含浸コート、リバースロールコート、トランスファロールコート、グラビアコート、キスロールコート、キャストコート、スプレイコート、カーテンコート、カレンダーコート、押出コー

10

20

30

40

50

ト等従来公知の塗布方法を用いることができる。

【0060】

塗布剤のフィルムへの塗布性、接着性を改良するため、塗布前にフィルムに化学処理やコロナ放電処理、プラズマ処理等を施してもよい。

【0061】

本発明における積層ポリエステルフィルムに関して、例えば、タッチパネル用等、長時間、高温雰囲気下にさらされた後であっても、高度な透明性が要求される場合がある。初期のフィルムヘーズとしては、好ましくは5.0%以下、より好ましくは3.0%以下、さらに好ましくは1.5%以下である。初期のフィルムヘーズが5.0%を超える場合には、視認性が悪く、例えば、タッチパネル用等、高度な視認性が必要とされる用途に不適当となる場合がある。

10

【0062】

かかる観点より、高度な透明性に対応するためには、熱処理(150、90分間)におけるフィルムヘーズ変化量は、好ましくは1.0%以下、より好ましくは0.7%以下、さらに好ましくは0.0~0.5%の範囲である。フィルムヘーズ変化量が1.0%を超える場合には、エステル環状三量体の析出によるフィルムヘーズ上昇に伴い、視認性が低下し、例えば、タッチパネル用等、高度な視認性が必要とされる用途に不適当となる場合がある。

【0063】

また、エステル環状三量体の析出量の観点では、本発明における積層ポリエステルフィルムを熱処理(150、90分間)により、フィルム表面からジメチルホルムアミドにより抽出されるエステル環状三量体量は、好ましくは2.0mg/m²以下であり、より好ましくは1.5mg/m²以下、さらに好ましくは0.0~0.7mg/m²以下の範囲である。2.0mg/m²を超える場合、後工程において、例えば、150、90分間等、高温雰囲気下で長時間の加熱処理に伴い、エステル環状三量体の析出量が多くなり、フィルムの透明性が低下する場合や、工程を汚染して歩留が大きく低下する懸念がある。

20

【実施例】

【0064】

以下、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。なお、実施例および比較例における評価方法は下記のとおりである。

30

【0065】

(1) ポリエステルの極限粘度の測定方法

ポリエステルに非相溶な他のポリマー成分および顔料を除去したポリエステル1gを精秤し、フェノール/テトラクロロエタン=50/50(重量比)の混合溶媒100mlを加えて溶解させ、30で測定した。

【0066】

(2) 平均粒径(d50:μm)の測定方法

遠心沈降式粒度分布測定装置(株式会社島津製作所社製SA-CP3型)を使用して測定した等価球形分布における積算(重量基準)50%の値を平均粒径とした。

40

【0067】

(3) 塗布層の膜厚の測定方法

塗布層の表面をRuO₄で染色し、エポキシ樹脂中に包埋した。その後、超薄切片法により作成した切片をRuO₄で染色し、塗布層断面をTEM(株式会社日立ハイテクノロジーズ製H-7650、加速電圧100kV)を用いて測定した。

【0068】

(4) フィルムの熱処理方法

サンプルの測定面がむき出しとなる状態でケント紙と重ねて固定し、窒素雰囲気下で、150で90分間放置して熱処理を行う。

50

【 0 0 6 9 】

(5) フィルムヘーズの測定方法

試料フィルムを J I S - K - 7 1 3 6 に準じ、株式会社村上色彩技術研究所製ヘーズメーター「 H M - 1 5 0 」により、フィルムヘーズを測定した。

【 0 0 7 0 】

(6) 加熱処理によるフィルムヘーズ変化量の測定方法

ポリエステルフィルムの、測定したい塗布層が設けられた面とは反対側の面に、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート 8 0 重量部、2 - ヒドロキシ - 3 - フェノキシプロピルアクリレート 2 0 重量部、光重合開始剤 (商品名 : イルガキュア 1 8 4 、チバスペシャルティケミカルズ株式会社製) 5 重量部、メチルエチルケトン 2 0 0 重量部の混合塗液を乾燥膜厚が 3 μ m になるように塗布し、紫外線を照射して硬化させハードコート層を形成した。ハードコート層を形成したフィルムのヘーズを (5) の方法で測定した。次いで (4) 項の方法で加熱した後、(5) の方法でヘーズを測定した。熱処理後のヘーズと熱処理前のヘーズの差を計算し、フィルムヘーズ変化量とした。

10

フィルムヘーズ変化量が低いほど、高温処理によるエステル環状三量体の析出が少ないことを示し、良好である。

【 0 0 7 1 】

(7) 積層ポリエステルフィルムの表面に析出するエステル環状三量体析出量の測定

ポリエステルフィルムを空气中、1 5 0 で 9 0 分間加熱する。その後、熱処理をした当該フィルムを上部が開いている縦横 1 0 c m 、高さ 3 c m になるように、測定面 (塗布層) を内面として箱形の形状を作成する。次いで、上記の方法で作成した箱の中に D M F (ジメチルスルホアミド) 4 m l を入れて 3 分間放置した後、D M F を回収し、液体クロマトグラフィー (株式会社島津製作所製 : L C - 7 A 移動相 A : アセトニトリル、移動相 B : 2 % 酢酸水溶液、カラム : 三菱化学株式会社製「 M C I G E L O D S 1 H U 」、カラム温度 : 4 0 、流速 : 1 m l / 分、検出波長 : 2 5 4 n m) に供給して、D M F 中のエステル環状三量体量を求め、この値を、D M F を接触させたフィルム面積で割って、フィルム表面エステル環状三量体量 (m g / m ²) とした。D M F 中のエステル環状三量体は、標準試料ピーク面積と測定試料ピーク面積のピーク面積比より求めた (絶対検量線法) 。なお、標準試料の作成は、予め分取したエステル環状三量体を正確に秤量し、正確に秤量した D M F に溶解し、作成した。

20

30

【 0 0 7 2 】

(8) 接着性の評価方法

ポリエステルフィルムの塗布層上にジペンタエリスリトールヘキサアクリレート 8 0 重量部、2 - ヒドロキシ - 3 - フェノキシプロピルアクリレート 2 0 重量部、光重合開始剤 (商品名 : イルガキュア 1 8 4 、チバスペシャルティケミカルズ株式会社製) 5 重量部、メチルエチルケトン 2 0 0 重量部の混合塗液を塗布し、8 0 で 1 分間乾燥し溶剤を除去した後、紫外線照射機から紫外線をメタルハライドランプ 1 2 0 W で 1 8 0 m J / c m ² 照射し、厚み 5 μ m のハードコート層を形成した。得られたフィルムに対して、1 0 0 個の升目状の切り傷を、隙間間隔 1 m m のカッターガイドを用いて付けた。次いで、1 8 m m 幅のテープ (ニチバン株式会社製セロテープ (登録商標) C T - 1 8) を升目上の切り傷面に貼り付け、4 . 0 c m 幅の 2 . 0 k g のローラーを 2 0 往復して完全に付着させた後、1 8 0 度の剥離角度で急激に剥がした後の剥離面を観察し、残存したマス目の数が 9 5 個以上ならば、8 0 個以上 9 5 個未満ならば、5 0 個以上 8 0 個未満ならば、5 0 個未満ならば x とした。

40

【 0 0 7 3 】

実施例および比較例において使用したポリエステルは、以下のようにして準備したものである。

< ポリエステル (A) の製造方法 >

テレフタル酸ジメチル 1 0 0 重量部とエチレングリコール 6 0 重量部とを出発原料とし、触媒として酢酸マグネシウム・四水塩 0 . 0 9 重量部を反応器にとり、反応開始温度を

50

150 とし、メタノールの留去とともに徐々に反応温度を上昇させ、3時間後に230とした。4時間後、実質的にエステル交換反応を終了させた。この反応混合物にエチルアシッドフォスフェート0.04重量部を添加した後、三酸化アンチモン0.04重量部を加えて、4時間重縮合反応を行った。すなわち、温度を230から徐々に升温し280とした。一方、圧力は常圧より徐々に減じ、最終的には0.3mmHgとした。反応開始後、反応槽の攪拌動力の変化により、極限粘度0.63に相当する時点で反応を停止し、窒素加圧下ポリマーを吐出させた。得られたポリエステル(A)の極限粘度は0.63であった。

【0074】

<ポリエステル(B)の製造方法>

ポリエステル(A)の製造方法において、エチルアシッドフォスフェート0.04重量部を添加後、平均粒子径2 μ mのシリカ粒子を0.2重量部、三酸化アンチモン0.04重量部を加えて、極限粘度0.65に相当する時点で重縮合反応を停止した以外は、ポリエステル(A)の製造方法と同様の方法を用いてポリエステル(B)を得た。得られたポリエステル(B)は、極限粘度0.65であった。

【0075】

塗布層を構成する化合物例は以下のとおりである。

・酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂(IA)：

メタクリル酸/n-ブチルアクリレート/n-ブチルメタクリレート/エチルアクリレート/エチルメタクリレート=49/14/9/24/4(モル%)で共重合したアクリル樹脂

・酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂(IB)：

メタクリル酸/エチルアクリレート/エチルメタクリレート/イソブチルメタクリレート=37/43/7/13(モル%)で共重合したアクリル樹脂

・酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂(IC)：

メタクリル酸/n-ブチルアクリレート/n-ブチルメタクリレート/エチルメタクリレート=25/28/15/32(モル%)で共重合したアクリル樹脂

・酸基を有するモノマーを含有する樹脂であり(メタ)アクリル酸エステル構造を有する樹脂(ID)：

メタクリル酸/エチルアクリレート/n-ブチルメタクリレート/イソブチルメタクリレート=3/25/32/30(モル%)で共重合したアクリル樹脂

【0076】

・オキサゾリン化合物(IIA)：オキサゾリン基およびポリアルキレンオキシド鎖を有するアクリルポリマー エポクロス(オキサゾリン基量=4.5mmol/g、株式会社日本触媒製)

・エポキシ化合物(IIB)：ポリグリセロールポリグリシジルエーテル

・イソシアネート系化合物(IIC)：下記製造方法で得られたブロックポリイソシアネート

ヘキサメチレンジイソシアネート1000部を60で攪拌し、触媒としてテトラメチルアンモニウム・カプリレート0.1部を加えた。4時間後、リン酸0.2部を添加して反応を停止させ、イソシアヌレート型ポリイソシアネート組成物を得た。得られたイソシアヌレート型ポリイソシアネート組成物100部、数平均分子量400のメトキシポリエチレングリコール42.3部、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート29.5部を仕込み、80で7時間保持した。その後反応液温度を60に保持し、イソブタノイル酢酸メチル35.8部、マロン酸ジエチル32.2部、ナトリウムメトキシドの28%メタノール溶液0.88部を添加し、4時間保持した。n-ブタノール58.9部を添加し、反応液温度80で2時間保持し、その後、2-エチルヘキシルアシッドホス

10

20

30

40

50

フェート 0.86 部を添加してブロックポリイソシアネートを得た。

・カルボジイミド化合物 (IID) : ポリカルボジイミド化合物 カルボジライト (カルボジイミド当量 = 600、日清紡株式会社製)

・メラミン化合物 (IIE) : ヘキサメトキシメチロールメラミン

【0077】

・粒子 (III) : 平均粒径 0.07 μm のシリカ粒子

・アクリル樹脂 (IV) : n - ブチルアクリレート / n - ブチルメタクリレート / エチルアクリレート / エチルメタクリレート = 20 / 26 / 40 / 14 (モル%) で共重合したアクリル樹脂

【0078】

10

実施例 1 :

ポリエステル (A)、(B) をそれぞれ 90%、10% の割合で混合した混合原料を最外層 (表層) の原料とし、ポリエステル (A) のみを中間層の原料として、2 台の押出機に各々を供給し、各々 285 で溶融した後、40 に設定した冷却ロール上に、2 種 3 層 (表層 / 中間層 / 表層 = 1 : 8 : 1 の吐出量) の層構成で共押し出し冷却固化させて未延伸シートを得た。次いで、ロール周速差を利用してフィルム温度 85 で縦方向に 3.4 倍延伸した後、この縦延伸フィルムの片面に、下記表 1 に示す塗布液 1 を塗布し、テンターに導き、横方向に 110 で 4.3 倍延伸し、235 で熱処理を行った後、横方向に 2% 弛緩し、膜厚 (乾燥後) が 0.05 μm の塗布層を有する厚さ 50 μm のポリエステルフィルムを得た。

20

【0079】

得られたポリエステルフィルムの加熱処理によるフィルムヘーズ変化量は小さく、エステル環状三量体の析出量も少なく良好であった。このフィルムの特性を下記表 2 に示す。

【0080】

実施例 2 ~ 16 :

実施例 1 において、塗布剤組成を表 1 に示す塗布剤組成に変更する以外は実施例 1 と同様にして製造し、ポリエステルフィルムを得た。でき上がったポリエステルフィルムは表 2 に示すとおり、加熱処理によるフィルムヘーズ変化量は小さく、エステル環状三量体の析出量は少なく良好であった。

【0081】

30

比較例 1 :

実施例 1 において、塗布層を設けないこと以外は実施例 1 と同様にして製造し、ポリエステルフィルムを得た。でき上がった積層ポリエステルフィルムを評価したところ、表 2 に示すとおり、加熱処理によるフィルムヘーズ変化量が大きく上昇し、エステル環状三量体の析出も多いものであった。

【0082】

比較例 2 ~ 5 :

実施例 1 と同様にして製造し、ポリエステルフィルムを得た。でき上がった積層ポリエステルフィルムを評価したところフィルムヘーズ変化量が大きく上昇し、熱処理によるエステル環状三量体の析出が多いものであり、工程の汚染が懸念されるものであった。

40

【0083】

【表 1】

塗布液	IA	IB	IC	ID	IIA	IIB	IIC	IID	IIE	III	IV
1	30	0	0	0	67	0	0	0	0	3	0
2	0	30	0	0	67	0	0	0	0	3	0
3	0	0	30	0	67	0	0	0	0	3	0
4	0	0	0	30	67	0	0	0	0	3	0
5	47	0	0	0	50	0	0	0	0	3	0
6	67	0	0	0	30	0	0	0	0	3	0
7	30	0	0	0	0	67	0	0	0	3	0
8	47	0	0	0	0	50	0	0	0	3	0
9	67	0	0	0	0	30	0	0	0	3	0
10	30	0	0	0	0	0	67	0	0	3	0
11	47	0	0	0	0	0	50	0	0	3	0
12	30	0	0	0	0	0	0	67	0	3	0
13	47	0	0	0	0	0	0	50	0	3	0
14	30	0	0	0	45	0	0	0	22	3	0
15	30	0	0	0	33	0	0	0	34	3	0
16	30	0	0	0	22	0	0	0	45	3	0
17	30	0	0	0	0	45	0	0	22	3	0
18	30	0	0	0	0	33	0	0	34	3	0
19	30	0	0	0	0	22	0	0	45	3	0
20	30	0	0	0	0	0	45	0	22	3	0
21	30	0	0	0	0	0	33	0	34	3	0
22	30	0	0	0	0	0	22	0	45	3	0
23	30	0	0	0	0	0	0	45	22	3	0
24	30	0	0	0	0	0	0	33	34	3	0
25	30	0	0	0	0	0	0	22	45	3	0
26	97	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0
27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	97
28	0	0	0	0	67	0	0	0	0	3	30
29	0	0	0	0	0	67	0	0	0	3	30

10

20

30

【 0 0 8 4 】

【表 2】

	塗布液	膜厚 (μm)	フィルム ヘーズ(%)	フィルムヘーズ 変化量(%)	エステル環状三量 体 析出量(mg/m^2)	接着性
実施例1	1	0.05	1.2	0.4	0.7	◎
実施例2	1	0.03	1.0	0.5	1.0	○
実施例3	1	0.10	2.0	0.6	0.5	◎
実施例4	2	0.05	1.5	0.6	0.7	◎
実施例5	3	0.05	1.5	0.6	1.0	◎
実施例6	4	0.05	2.0	0.8	1.8	○
実施例7	5	0.05	1.8	0.5	0.7	○
実施例8	6	0.05	2.2	0.9	1.5	○
実施例9	7	0.05	0.9	0.2	0.8	○
実施例10	8	0.05	0.8	0.1	1.0	○
実施例11	9	0.05	0.9	0.2	1.5	○
実施例12	10	0.05	0.8	0.3	1.8	◎
実施例13	11	0.05	0.9	0.5	1.5	◎
実施例14	12	0.05	0.8	0.3	2.0	◎
実施例15	13	0.05	0.8	0.5	1.8	◎
実施例16	14	0.05	0.9	0.1	0.3	◎
実施例17	15	0.05	1.0	0.1	0.2	◎
実施例18	16	0.05	0.9	0.1	0.2	○
実施例19	17	0.05	0.7	0.1	0.2	◎
実施例20	18	0.05	0.7	0.1	0.1	◎
実施例21	19	0.05	0.7	0.0	0.1	○
実施例22	20	0.05	0.8	0.2	1.0	◎
実施例23	21	0.05	0.7	0.1	1.0	◎
実施例24	22	0.05	0.7	0.1	0.6	○
実施例25	23	0.05	0.8	0.4	1.5	◎
実施例26	24	0.05	0.7	0.1	1.0	◎
実施例27	25	0.05	0.7	0.0	0.6	○
比較例1	-	-	0.7	2.1	6.0	×
比較例2	26	0.05	1.1	0.3	1.2	×
比較例3	27	0.05	1.2	0.6	4.5	△
比較例4	28	0.05	1.0	0.5	2.7	◎
比較例5	29	0.05	0.7	0.4	2.5	○

【産業上の利用可能性】

【0085】

本発明のフィルムは、高温雰囲気下にフィルムが長時間さらされる、過酷な熱処理工程を経た後でも、フィルムヘーズの上昇が極力小さくエステル環状三量体の析出が少ない、かつハードコート層などの各種上塗り層に対する優れた接着性、という性能を必要とする用途における積層ポリエステルフィルムとして、例えば、透明導電性積層体の基材として、好適に利用することができる。

10

20

30

40