

(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2009-184269

(P2009-184269A)

(43) 公開日 平成21年8月20日(2009.8.20)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 3 2 B 27/36 (2006.01)	B 3 2 B 27/36	2 H 0 4 9
G 0 2 B 5/30 (2006.01)	G 0 2 B 5/30	4 F 1 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2008-28021 (P2008-28021)
 (22) 出願日 平成20年2月7日(2008.2.7)

(71) 出願人 000006172
 三菱樹脂株式会社
 東京都中央区日本橋本石町一丁目2番2号
 (72) 発明者 梶原 一弘
 滋賀県米原市井之口347番地三菱化学ポ
 リエステルフィルム株式会社中央研究所内
 Fターム(参考) 2H049 BB54 BC22
 4F100 AK25 AK41A AK52 BA02 CB05
 DD07A EH17 EJ37 EJ94 HB00A
 JK16A JL00 JL11B JL14B YY00A
 YY00B

(54) 【発明の名称】 離型フィルム

(57) 【要約】

【課題】 偏光板のクロスニコル法による検査において、高度な精度を実現でき、離型フィルムを用いた製造工程において、ロール清掃の低減による製造歩留まりの向上や、異物の低減による品質を向上させることのできる離型フィルムを提供する。

【解決手段】 フィルム表面の算術平均粗さ(Ra)が11~25nmであり、写像性値が90%以上であるポリエステルフィルムの片面に、剥離力が10~100mN/cmの範囲の離型層を有するフィルムであり、当該離型層のプレス接着率が70%~95%の範囲であり、離型層の反対側の表面と金属との摩擦係数が0.10~0.28の範囲であることを特徴とする離型フィルム。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フィルム表面の算術平均粗さ (Ra) が 11 ~ 25 nm であり、写像性値が 90 % 以上であるポリエステルフィルムの片面に、剥離力が 10 ~ 100 mN / cm の範囲の離型層を有するフィルムであり、当該離型層のプレス接着率が 70 % ~ 95 % の範囲であり、離型層の反対側の表面と金属との摩擦係数が 0.10 ~ 0.28 の範囲であることを特徴とする離型フィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、離型フィルムに関するものであり、詳しくは液晶表示用途等のフィルムにおいて重要な特性である、光学特性に優れ、かつフィルム検査における欠陥出において高度な精度を得ることができ、かつ離型フィルムを用いた製造工程において、製造工程内のロール汚染が極めて少ない離型フィルムに関するものである。

【背景技術】

【0002】

ポリエチレンテレフタレートやポリエチレンナフタレートに代表されるポリエステルフィルムに離型層を設けた離型フィルムは、機械的強度、寸法安定性、平坦性、耐熱性、耐薬品性、光学特性等に優れた特性を有し、コストパフォーマンスに優れるため、各種の用途において使用されている。しかし、その用途が多様化するにつれて、フィルムの加工条件や使用条件が多様化し、偏光板等の光学用の離型フィルムとして使用する場合、異物検査の際、離型フィルムに用いられるポリエステルフィルム中の粒子成分が輝点となり、検査精度が低下する等の問題が生じたり、フィルム表面に存在するオリゴマーが、製造工程内のロールに接触した際にロールに付着し、異物となり、製品欠陥の原因となったり、製造工程の歩留まりを悪くすることなどが挙げられる。

【0003】

例えば、ポリエステルフィルム表面のオリゴマーがロール上で堆積し、異物として製品内に混入し光学用途に用いた場合には、光学製品として致命的な欠陥となり、堆積したオリゴマーを除去するためにラインを停止し、ラインの掃除が必要となる場合には、歩留まりが悪化し、低価格化への対応できなくなる場合がある。

【0004】

近年、携帯電話やパーソナルコンピューターの急速な普及に伴い、従来型のディスプレイである CRT に比べ、薄型軽量化、低消費電力、高画質化が可能である LCD の需要が著しく伸びつつあり、LCD の大画面化についてもその技術の成長は著しい。LCD の大画面化の一例として、最近では例えば 30 インチ以上の大型 TV 用途に LCD が使用されている。大画面化された LCD においては、LCD 内に組み込まれたバックライトの輝度を高めることや、輝度を向上させるフィルムを液晶ユニット内に組み込むこと等により、大画面で明るい LCD とする場合が多い。

【0005】

また、このようないわゆる高輝度タイプの LCD では、ディスプレイ中に存在する小さな輝点の問題となる場合が多く、ディスプレイ中に組み込まれる偏光板、位相差板または位相差偏光板といった構成部材においては、これまでの低輝度タイプの LCD では問題にならなかったような微小なサイズの異物が問題となってきている。このため、製造工程における異物の混入を防ぐ一方で、万一異物が混入した場合であっても欠陥として確実に認知できるような検査精度の向上も重要となってきている。

【0006】

従来、ポリエステルフィルム中の粒子はフィルムの滑り性、巻き特性を確保する為に通常使用される物であり、適度な粒径と配合量を満足しなければ、所望の滑り性を確保できなかったり、巻き特性が悪化したりして、その結果、生産性の悪化を招いてしまうものである。しかしながら、通常使用される範囲の粒径、配合量とした場合、先に述べたとおり

10

20

30

40

50

、偏光板用離型フィルムとして使用された際、欠陥検査工程で該添加粒子が輝点となり、検査に支障を来すことが問題となっている。

【0007】

例えば偏光板の欠陥検査としては、クロスニコル法による目視検査が一般的であり、さらに例えば40インチ以上の大型TV用途に使用する偏光板等では、クロスニコル法を利用した自動欠陥検査器による検査も実施されつつある。このクロスニコル法は2枚の偏光板をその配向主軸を直交させて消光状態とし、異物や欠陥があればそこが輝点として現れるので、目視による欠陥検査ができるという方法である。ここで、通常、偏光板には粘着剤層が設けられ、そのための離形フィルムとして離型層を設置したポリエステルフィルムが使用されている。かかる構成の製品を検査する場合、2枚の偏光板の間に離型ポリエステルフィルムが挟み込まれた状態でクロスニコル検査を実施することになる。一般に、離型ポリエステルフィルムをこれに用いた場合には、クロスニコル法の検査において、異物や欠陥が見にくくなり、それらを見逃しやすくなるという不具合が生じる場合がある。

10

【0008】

これらに関し、2枚の偏光板の間にポリエステルフィルムを挟み込んだ際、リタレーション値がある範囲内である場合に検査性が向上するといったもの(特許文献1参照)が開示されているが、近年の高度な品質を要求されるレベルにおいてはこれらを使用しても、欠陥を確実に見いだすための検査を実施する場合には、精度が不足する場合がある。

【0009】

【特許文献1】特開2000-338327号公報

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、このような問題点を解決しようとするものであり、その解決課題は、偏光板のクロスニコル法による検査において、高度な精度を実現でき、さらに、離型フィルムを用いた製造工程において、離型フィルムから発生するオリゴマー等の汚染を防止することにより、ロール清掃の低減による製造歩留まりの向上や、異物の低減による品質を向上させる離型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、上記課題に鑑み鋭意検討した結果、特定の構成を有するポリエステルフィルムからなる離型フィルムによれば、優れたフィルム特性を損なうことなく、光学用として好適である離型フィルムを提供できることを見だし、本発明を完成するに至った。

30

【0012】

すなわち、本発明の要旨は、フィルム表面の算術平均粗さ(Ra)が11~25nmであり、写像性値が90%以上であるポリエステルフィルムの片面に、剥離力が10~100mN/cmの範囲の離型層を有するフィルムであり、当該離型層のプレス接着率が70%~95%の範囲であり、離型層の反対側の表面と金属との摩擦係数が0.10~0.28の範囲であることを特徴とする離型フィルムに存する。

【0013】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明における離型フィルムの基体であるポリエステルフィルムとは、押出口金から溶融押出される、いわゆる押出法により押出した溶融ポリエステルシートを冷却した後、必要に応じ、延伸、熱処理を施したフィルムである。

40

【0014】

本発明のフィルムを構成するポリエステルとは、芳香族ジカルボン酸と脂肪族グリコールとを重縮合させて得られるものである。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(PET)、ポリエチ

50

レン - 2 , 6 - ナフタレンジカルボキシレート (P E N) 等が例示される。また、用いるポリエステルは、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。共重合ポリエステルの場合は、30モル%以下の第三成分を含有した共重合体であればよい。かかる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、セバシン酸およびオキシカルボン酸(例えば、P-オキシ安息香酸など)等から選ばれる一種または二種以上が挙げられ、グリコール成分としては、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、1,4-シクロヘキサジメタノール、ネオペンチルグリコール等から選ばれる一種または二種以上が挙げられる。

【0015】

本発明で得られるポリエステルには、本発明の要旨を損なわない範囲で、耐候剤、耐光剤、帯電防止剤、潤滑剤、遮光剤、抗酸化剤、蛍光増白剤、マット化剤、熱安定剤、および染料、顔料などの着色剤などを配合してもよい。

【0016】

フィルム中に配合する粒子としては、酸化ケイ素、アルミナ、炭酸カルシウム、カオリン、酸化チタンおよび特公昭59-5216号公報に記載されているような架橋高分子微粉体等を挙げることができる。これらの粒子は、単独あるいは2成分以上を同時に使用してもよい。これら粒子を添加するフィルム層の含有量は、通常1重量%以下、好ましくは0.01~1重量%、さらに好ましくは0.02~0.6重量%の範囲である。粒子の含有量が少ない場合には、フィルム表面に十分な粗度を与えることができず、フィルム製造工程において、表面のキズが発生しやすかったり、巻き特性が劣ったりする傾向がある。また、粒子の含有量が1重量%を超える場合には、フィルム表面の粗面化の度合いが大きくなりすぎて透明性が損なわれることがある。

【0017】

ポリエステルフィルム中に含有される粒子の平均粒径は、0.02~5 μ mであり、好ましくは0.1~3 μ m、さらに好ましくは0.2~1.8 μ mの範囲である。粒径が0.02 μ m未満の場合には、フィルム表面に十分な粗度を与えることができず、フィルム製造工程における巻き特性が劣る傾向がある。粒径が5 μ mを超える場合には、偏光板離型用フィルムとして用いられた場合、輝点となり欠陥検査に支障を来す恐れがある。

【0018】

一方、フィルムの透明性を向上させるため、2層以上の積層フィルムとした場合、表層のみに粒子を配合する方法も好ましく採用される。この場合の表層とは、少なくとも表裏どちらか1層であり、もちろん表裏両層に粒子を配合することもできる。

【0019】

本発明において、後述する方法で測定したフィルムの写像性値は90%以上であることが必要である。フィルムの写像性値が90%を下回る場合、偏光板離型用フィルムとして用いられた場合、透過光による偏光板の欠陥検査の際に像が歪み、目視検査や、自動検査に支障を来す。

【0020】

また、フィルムの算術平均粗さ(Ra)は、11~25nmであることが必要であり、さらに好ましくは11~22nmである。フィルムRaが25nmを超える場合、表面の平面性が損なわれ、フィルムが白っぽくなって、検査に支障を来す。逆にフィルムのRaが11nmを下回る場合、フィルム表面が極端に平坦となり、フィルム製造工程における巻き特性が劣る。

【0021】

本発明において、ポリエステルに粒子を配合する方法としては、特に限定されるものではなく、公知の方法を採用し得る。例えば、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の段階、もしくはエステル交換反応終了後重縮合反応開始前の段階でエチレングリコール等に分散させたスラリーとして添加し重縮合反応を進めてもよい。またベント付き混練押出機を用い、エチレングリコールまたは

10

20

30

40

50

水などに分散させた粒子のスラリーとポリエステル原料とをブレンドする方法、または、混練押出機を用い、乾燥させた粒子とポリエステル原料とをブレンドする方法などによって行われる。

【0022】

なおポリエステルは、溶融重合後これをチップ化し、加熱減圧下または窒素等不活性気流中に必要に応じてさらに固相重合を施してもよい。得られるポリエステルの固有粘度は0.40 dl/g以上であることが好ましく、0.40~0.90 dl/gであることが好ましい。

【0023】

本発明においては、通常のオリゴマー含有量のポリエステルからなる層の少なくとも片側の表面に、かかるオリゴマー含有量の少ないポリエステりを共押出積層した構造を有するフィルムであってもよく、かかる構造を有する場合、本発明で得られる離型フィルム用ポリエステルフィルムにおいて、オリゴマー析出による輝点を防止する効果が得られ、特に好ましい。

10

【0024】

本発明におけるポリエステルフィルムは、実施例に記載した方法で測定したフィルム内における配向角の変動が3度/500mm以下であることが好ましく、さらに好ましくは2度/500mm以下である。配向角の変動が3度/500mmを超える場合には、偏光板を検査する際に偏光板の位置により透過光強度が変動し、偏光板の安定した検査の障害となることがある。

20

【0025】

本発明の離型フィルムとしての厚みは、フィルムとして製膜可能な範囲で、かつ、離型フィルムとしての加工が可能であれば特に限定されるものではないが、通常10~100μm、好ましくは15~50μmの範囲である。フィルム厚みが10μm未満では、フィルムの腰が不十分となり、離型フィルムを剥がす工程でトラブルを生じやくなる傾向がある。フィルム厚みが100μmを超える場合は、製造コストが上がるため低価格化の要求に反することになる。

【0026】

次に本発明のフィルムの製造方法に関して具体的に説明するが、本発明の要旨を満足する限り、本発明は以下の例示に特に限定されるものではない。

30

【0027】

まず、本発明で使用するポリエステルの製造方法の好ましい例について説明する。ここではポリエステルとしてポリエチレンテレフタレートを用いた例を示すが、使用するポリエステルにより製造条件は異なる。常法に従って、テレフタル酸とエチレングリコールからエステル化し、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコールを、エステル交換反応させ、その生成物を重合槽に移送し、減圧しながら温度を上昇させ、最終的に真空下で280に加熱して重合反応を進め、ポリエステルを得る。

【0028】

次に例えば上記のようにして得、公知の手法により乾燥したポリエステルチップを溶融押出装置に供給し、それぞれのポリマーの融点以上である温度に加熱し溶融する。次いで、溶融したポリマーをダイから押し出し、回転冷却ドラム上でガラス転移温度以下の温度になるように急冷固化し、実質的に非晶状態の未配向シートを得る。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、本発明においては静電印加密着法および/または液体塗布密着法が好ましく採用される。本発明においては、このようにして得られたシートを2軸方向に延伸してフィルム化する。延伸条件について具体的に述べると、前記未延伸シートを好ましくは縦方向に70~145で2~6倍に延伸し、縦1軸延伸フィルムとした後、横方向に90~160で2~6倍延伸を行い、150~240で1~600秒間熱処理を行うことが好ましい。さらにこの際、熱処理の最高温度ゾーンおよび/または熱処理出口のクーリングゾーンにおいて、縦方向および/または横方向に0.1~20%弛緩する方法が好ましい。また、必要

40

50

に応じて再縦延伸、再横延伸を付加することも可能である。さらに、前記の未延伸シートを面積倍率が10～40倍になるように同時二軸延伸を行うことも可能である。

【0029】

本発明のポリエステルフィルムは、本発明の効果を損なわない範囲であれば、延伸工程中にフィルム表面を処理する、いわゆるインラインコーティングを施すこともできる。それは以下に限定するものではないが、例えば、1段目の延伸が終了して、2段目の延伸前に、帯電防止性、滑り性、接着性等の改良、2次加工性改良、耐候性および表面硬度の向上等の目的で、水溶液、水系エマルジョン、水系スラリー等によるコーティング処理を施すことができる。また、フィルム製造後にオフラインコートで各種のコートを行ってもよい。このようなコートは片面、両面のいずれでもよい。コーティングの材料としてはオフラインコーティングの場合は水系および/または溶媒系のいずれでもよいが、インラインコーティングの場合は水系または水分散系が好ましい。

10

【0030】

次に本発明における離型層の形成について説明する。

【0031】

本発明における離型フィルムを構成する離型層は上述の塗布延伸法（インラインコーティング）等のフィルム製造工程内において、ポリエステルフィルム上に設けられてもよく、一旦製造したフィルム上に系外で塗布する、いわゆるオフラインコーティングを採用してもよく、何れの手法を採用してもよい。塗布延伸法（インラインコーティング）については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1段目の延伸が終了して、2段目の延伸前にコーティング処理を施すことができる。塗布延伸法によりポリエステルフィルム上に離型層が設けられる場合には、延伸と同時に塗布が可能になると共に離型層の厚みを延伸倍率に応じて薄くすることができ、ポリエステルフィルムとして好適なフィルムを製造できる。

20

【0032】

また、本発明における離型フィルムを構成する離型層は離型性を良好とするために硬化型シリコーン樹脂を含有するのが好ましい。硬化型シリコーン樹脂を主成分とするタイプでもよいし、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、アルキッド樹脂等の有機樹脂とのグラフト重合等による変性シリコーンタイプ等を使用してもよい。

【0033】

硬化型シリコーン樹脂の種類としては付加型・縮合型・紫外線硬化型・電子線硬化型・無溶剤型等、何れの硬化反応タイプでも用いることができる。具体例を挙げると、信越化学工業（株）製KS-774、KS-775、KS-778、KS-779H、KS-847H、KS-856、X-62-2422、X-62-2461、X-62-1387、KNS-3051、X-62-1496、KNS320A、KNS316、X-62-1574A/B、X-62-7052、X-62-7028A/B、X-62-7619、X-62-7213、GE東芝シリコーン（株）製YSR-3022、TPR-6700、TPR-6720、TPR-6721、TPR6500、TPR6501、UV9300、UV9425、XS56-A2775、XS56-A2982、UV9430、TPR6600、TPR6604、TPR6605、SM3200、SM3030、東レ・ドウコーニング（株）製DKQ3-202、DKQ3-203、DKQ3-204、DKQ3-205、DKQ3-210、SRX357、SRX211、SD7220、LTC750A、LTC760A、SP7259、BY24-468C、SP7248S、BY24-452、SP7268S、SP7265S、LTC1000M、LTC1050L、SYLOFF7900、SYLOFF7198、SYLOFF22A等が例示される。さらに離型層の剥離性等を調整するために剥離コントロール剤を併用してもよい。

30

40

【0034】

また、本発明は、反離型層面に滑り性を与えるために、無官能のシロキサン等よりなる移行成分を配合してもよい。

【0035】

50

本発明において、ポリエステルフィルムに離型層を設ける方法として、リバースグラビアコート、ダイレクトグラビアコート、ロールコート、ダイコート、バーコート、カーテンコート等、従来公知の塗工方式を用いることができる。塗工方式に関しては「コーティング方式」榎書店 原崎勇次著 1979年発行に記載例がある。

【0036】

本発明において、ポリエステルフィルム上に離型層を形成する際の硬化条件に関しては特に限定されるわけではなく、例えば、塗布延伸法（インラインコーティング）により離型層を設ける場合、通常、170～280 で3～40秒間、好ましくは200～280 で3～40秒間を目安として熱処理を行うのがよい。一方、オフラインコーティングにより離型層を設ける場合、通常、80～200 で3～40秒間、好ましくは100～180 で3～40秒間を目安として熱処理を行うのがよい。また、塗布延伸法（インラインコーティング）あるいはオフラインコーティングに係わらず、必要に応じて熱処理と紫外線照射等の活性エネルギー線照射とを併用してもよい。尚、活性エネルギー線照射による硬化のためのエネルギー源としては、従来から公知の装置、エネルギー源を用いることができる。離型層の塗工量は塗工性の面から、通常0.005～1g/m²、好ましくは0.005～0.5g/m²の範囲である。塗工量が0.005g/m²未満の場合、塗工性の面より安定性に欠け、均一な塗膜を得るのが困難になる場合がある。一方、1g/m²を超えて厚塗りにする場合には離型層自体の塗膜密着性、硬化性等が低下する場合がある。

10

【0037】

本発明において塗布層上に離型層を設ける場合、塗布層を設けた後にフィルムを一旦巻き取り、あらためて離型層を設けてもよく、また、塗布層を設けた後、連続して、離型層を塗布層上に設けてもよく、何れの方法を採用してもよい。

20

【0038】

本発明における離型フィルムに関して、離型層が設けられていない面には本発明の主旨を損なわない範囲において、接着層、帯電防止層、オリゴマー析出防止層等の塗布層を設けてもよい。

【0039】

また、離型フィルムを構成するポリエステルフィルムには予め、コロナ処理、プラズマ処理等の表面処理を施してもよい。

30

【0040】

本発明における離型フィルムの剥離力は、10～100mN/cm、好ましくは10～50mN/cmの範囲である。剥離力が10mN/cm未満の場合、剥離力が軽くなりすぎて本来剥離する必要がない場面においても容易に剥離する不具合を生じる場合があり、一方、100mN/cmを超える場合には、剥離力が重くなりすぎ、剥離する際に粘着剤が変形し、後の工程で問題が生じたり、粘着剤が離型フィルム側に付着したりするので好ましくない。

【0041】

本発明は、離型フィルムの反離型層面と金属との摩擦係数が0.10～0.28、好ましくは0.15～0.25の範囲とする。摩擦係数が0.28を超えた場合は、反離型層面に接触した金属ロール表面に、オリゴマーが付着し、付着したオリゴマーがロール上に堆積し、異物となるため好ましくない。また、摩擦係数が0.10未満では、フィルムが滑りすぎるため、製造工程においてニップロールが滑る等の問題が生じたり、ロール状に巻いた時にフィルム同士のずれが発生したりして、ロール状の製品を得ることが難しくなる。

40

【0042】

本発明は、離型層に用いた離型成分がロールに巻かれた際、離型層の反対面にシリコンが移行する性質を利用することにより、表面粗度を変えずに優れた滑り性を与えることができ、優れた光学特性と滑り性を両立させることができることを特徴とする。

【0043】

50

さらに、本発明は、フィルムの滑り性を改良し、金属ロールへのオリゴマー付着を防止するために、プレス接着率を70～95%、さらに好ましくは85～90%の範囲とする。プレス接着率が95%を越えた場合は、フィルムの滑り性が改良されず、金属ロールへオリゴマーが付着しやすくなり好ましくない。プレス接着率が70%未満では、フィルムが滑りすぎるため、製造工程でニップロールが滑る等の問題が生じたり、ロール状に巻いた時にフィルム同士のずれが発生したりして、ロール状の製品を得ることが難しくなる。

【発明の効果】

【0044】

本発明によれば、偏光板、位相差板等の光学用に用いる、フィルムの輝点が極力少なく、異物検査精度を高めることができるポリエステルフィルムよりなる離型フィルムを提供することができ、前記離型フィルムは、製造工程内でのロール汚染が極めて少なく、その結果製造工程の効率化や、製品中の異物を極めて低減することができ、本発明の離型フィルムによれば、その工業的価値は高い。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0045】

以下、本発明を実施例により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。また、本発明で用いた測定法は次のとおりである。

【0046】

(1) ポリエステルの極限粘度の測定

20

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。

【0047】

(2) 平均粒径(d50)

島津製作所製遠心沈降式粒度分布測定装置(SA-CP3型)を用いて測定した等価球形分布における積算体積分率50%の粒径を平均粒径d50とした。

【0048】

(3) フィルム内における配向角の変動の測定

ポリエステルフィルムの幅方向において、中心となる位置より、幅方向に両端に向かって、500mm毎の位置および、最両端のサンプルを切り出し、それぞれ王子計測器社製の自動複屈折率計(KOBRA-21ADH)を用いてフィルム幅方向500mm毎の配向角の変動を求めた。なお、最両端の位置を含む配向角の変動を算出する際、サンプル位置間が500mmに満たない場合は、比例計算にて500mm毎の配向角の変動を算出する。続いてフィルム長手方向について、3m長を切り出し、フィルム幅方向に対して中心となる位置から長手方向に500mm毎(含両端)、計7箇所の位置より、サンプルを切り出し、配向角を求めた。このようにして幅方向、長手方向での500mm毎の配向角の変動を求め、最大の変動値をそれぞれフィルムの配向角の変動とした。また、測定の際にはすべてのサンプルにおいて配向角の基準軸を同一とすることが重要であり、基準軸については任意に決定できる。

30

【0049】

(4) 写像性値の測定

40

JIS-K7105に準じ、スガ試験機(株)製写像性測定機ICM-1により、透過法にてフィルムの写像性値を測定した。なお、値は、光学くし0.125mmのものを読みとる。

(5) 算術平均粗さ(Ra)

(株)小坂研究所社製表面粗さ測定機(SE-3F)を用いて次のようにして求めた。すなわち、フィルム断面曲線からその中心線の方に基準長さL(2.5mm)の部分抜き取り、この抜き取り部分の中心線をx軸、縦倍率の方向をy軸として粗さ曲線 $y=f(x)$ で表わしたとき、次の式で与えられた値を[μm]で表わす。

【0050】

50

$$R a = (1 / L) \int_0^L | f (x) | d x$$

【 0 0 5 1 】

算術平均粗さは、試料フィルム表面から 10 本の断面曲線を求め、これらの断面曲線から求めた抜き取り部分の算術平均粗さの平均値で表わした。なお、触針の先端半径は 2 μm、荷重は 30 mg とし、カットオフ値は 0.08 mm とした。

【 0 0 5 2 】

(6) 離型層の塗布量測定

蛍光 X 線測定装置 ((株) 島津製作所 (製) 型式「XRF-1500」) を用いて F P (Fundamental Parameter Method) 法により、下記測定条件下、離型フィルムの離型層が設けられた面および離型層がない面の珪素元素量を測定し、その差をもって、離型層中の珪素元素量とした。次に得られた珪素元素量を用いて、 $-SiO(CH_3)_2$ のユニットとしての塗布量 (Si) (g/m²) を算出した。

【 0 0 5 3 】

《測定条件》

分光結晶：PET (ペンタエリスリトール)

2θ : 108.88°

管電流：95 mA

管電圧：40 kV

【 0 0 5 4 】

(7) 離型フィルムの剥離力 (F) の評価

試料フィルムの離型層表面に両面粘着テープ (日東電工製「No. 502」) の片面を貼り付けた後、50 mm × 300 mm のサイズにカットした後、室温にて 1 時間放置後の剥離力を測定する。剥離力は、引張試験機 ((株) インテスコ製「インテスコモデル 2001 型」) を使用し、引張速度 300 mm/分の条件下、180°剥離を行った。

【 0 0 5 5 】

(8) プレス接着率の評価

《プレス接着力》

75 μm ポリエステルフィルム / 測定試料フィルム / 75 μm ポリエステルフィルムの構成とし、温度 60℃、圧力 1 MPa、時間 120 分の条件でプレス処理を行う。プレス処理後、75 μm ポリエステルフィルムの、測定試料フィルム離型層面に接していた側の面に、日東製 No. 31 テープを貼り付け、剥離力 (A) を測定する。剥離力は、引張試験機 ((株) インテスコ製「インテスコモデル 2001 型」) を使用し、引張速度 300 mm/分の条件下、180°剥離を行った。

【 0 0 5 6 】

《基礎接着力》

プレス処理に用いたと同じ 75 μm ポリエステルフィルムに、日東製 No. 31 テープを貼り付け、剥離力 (A) と同様の要領にて剥離力 (B) を測定し、下記式に基づいてプレス接着率を求める。

【 0 0 5 7 】

$$\text{プレス接着率 (\%)} = (\text{プレス接着力} / \text{基礎接着力}) \times 100$$

なお、測定は 20 ± 2%、65 ± 5% RH にて行う。

【 0 0 5 8 】

(9) 離型フィルムの残留接着率の評価

《残留接着力》

試料フィルムの離型層表面に日東電工 (製) No. 31 B 粘着テープを 2 kg ゴムローラーにて 1 往復圧着し、100℃で 1 時間加熱処理する。次いで、圧着したサンプルから試料フィルムを剥がし、No. 31 B 粘着テープを JIS-C-2107 (ステンレス板に対する粘着力、180°引き剥がし法) の方法に準じて接着力を測定する。これを残留接着力とする。

【 0 0 5 9 】

《基礎接着力》

残留接着力の場合と同じテープ（No. 31B）を用いてJIS-C-2107に準じてステンレス板に粘着テープを圧着して、同様の要領にて測定を行う。この時の値を基礎接着力とする。これらの測定値を用いて、下記式に基づいて残留接着率を求める。

【0060】

$$\text{残留接着率}(\%) = (\text{残留接着力} / \text{基礎接着力}) \times 100$$

なお、測定は 20 ± 2 、 $65 \pm 5\%$ RHにて行う。

【0061】

(10) 金属との動摩擦係数(μd) (説明図あり)

2週間以上保管したロールサンプルの表層から少なくとも20枚のフィルムを剥ぎ取り測定用サンプルを採取する。固定した硬質クロムメッキ金属ロール(直径6mm)にフィルムを巻きつけ角 135° ()で接触させ、53g(T2)の荷重を一端にかけて、1m/分の速度でこれを走行させ、他端の抵抗力(T1(g))を測定し、次式により走行中の摩擦係数(μd)を求めた。

$$\mu d = (1 / \text{)} \ln(T1 / T2) = 0.424 \ln(T1 / 53)$$

【0062】

(11) 反射光下での目視検査性

蛍光灯反射下で、離型フィルム付き偏光板を10人の検査員がそれぞれ目視にて観察し、反射光下での目視検査性を下記基準に従い評価した。なお、測定の際には、得られた離型フィルムの端部からフィルム幅方向に、フィルム幅に対して50%の位置に相当する箇所よりA4サイズのサンプルを切り出して実施した。

<反射光下での目視検査性 判定基準>

(検査性良好) > > > x > x x (検査性不良)

上記判定基準中、 以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0063】

(12) クロスニコル下での異物認知性

離型フィルム付き偏光板を作成する際、粘着剤と偏光フィルムとの間に $50 \mu m$ 以上の大きさを持つ黒色の金属粉(異物)を $50 \text{個}/m^2$ となるように混入させた。このようにして得られた異物を混入させた偏光板離型フィルム上に配向軸が離型フィルム幅方向と直交するように検査用の偏光板を重ね合わせ、偏光板側より白色光を照射し、検査用の偏光板より10人の検査員がそれぞれ目視にて観察し、粘着剤と偏光フィルムとの間に混入させた異物を見いだせるかどうかを下記分類にて評価した。なお、測定の際には、得られたフィルムの中央部のフィルムを用いて評価した。

<異物認知性 分類基準>

(異物認知性良好) > > > x (異物認知性不良)

上記判定基準中、 以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0064】

(13) 離型特性

離型フィルム付き偏光板より、離型フィルムを剥がした時の状況より、離型特性を評価した。

: 離型フィルムが綺麗に剥がれ、粘着剤が離型層に付着する現象が見られない

: 離型フィルムは剥がれるが、速い速度で剥離した場合に粘着剤が離型層に付着する

x: 離型フィルムに粘着剤が付着する

上記判定基準中、 以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0065】

(14) ロール汚染状況

粘着層を有する積層フィルムを製造した際に、製造装置の各ロールを目視観察し、ロールの汚染状況を評価した。

: 製造後のロール表面に付着物が見られない

: 製造後のロール表面に僅かに付着物が見られるが、製造上支障のないレベル

10

20

30

40

50

×：製造後のロール表面に付着物が見られ、ロール清掃を必要とする

【0066】

(15)加工適正

粘着層を有する積層フィルムを製造において、製造状況を下記のランクに分けて評価した。

：問題なく製造できた

：問題が発生したが、製品を製造できた

×：問題が発生し、製品を製造することができなかった

上記判定基準中、以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0067】

(16)ロール外観

離型フィルムの製造において、離型フィルムの製品ロールの外観を目視観察し評価した。特に、ロール両端面のズレを観察した。

(ロール外観良好) > > > × (ロール外観不良)

上記判定基準中、以上のものが実使用上問題なく使用できるレベルである。

【0068】

<ポリエステル(A)の製造>

テレフタル酸ジメチル100重量部とエチレングリコール60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を加えて反応器にとり、反応開始温度を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を添加した後、重縮合槽に移し、三酸化アンチモン0.04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から徐々に昇温し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、ポリエステルのチップ(A)を得た。この、ポリエステルの極限粘度は0.63、オリゴマー(環状三量体)の含有量は0.98重量%であった。

【0069】

<ポリエステル(B)の製造>

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を添加後、平均粒子径0.8μmの合成炭酸カルシウム粒子のエチレングリコールスラリーを粒子のポリエステルに対する含有量が2重量%となるように添加した以外は、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0.63、オリゴマー(環状三量体)の含有量は0.98重量%であった。

【0070】

<ポリエステル(C)の製造>

ポリエステル(B)の製造方法において、添加粒子を、平均粒子径1.5μmの合成炭酸カルシウム粒子に、ポリエステルに対する含有量を、1重量%にした以外は、ポリエステル(B)の製造方法と同様の方法を用いてポリエステル(C)を得た。得られたポリエステル(C)は極限粘度0.63、オリゴマー(環状三量体)の含有量は0.98重量%であった。

【0071】

<ポリエステル(D)の製造>

ポリエステル(B)の製造方法において、添加粒子を、平均粒子径2.2μmのシリカ粒子に、ポリエステルに対する含有量を、0.6重量%にした以外は、ポリエステル(B)の製造方法と同様の方法を用いてポリエステル(D)を得た。得られたポリエステル(D)は極限粘度0.63、オリゴマー(環状三量体)の含有量は0.98重量%であった。

【0072】

実施例1~7、実施例9、比較例1~6：

10

20

30

40

50

< ポリエステルフィルムの製造 >

上記ポリエステル(A)チップと、ポリエステル(B)、(C)、(D)チップとを、表1~3に示すとおりの割合で混合した混合原料を最外層(表層)および中間層の原料とし、2台の押出機に各々供給し、290で溶融押出した後、静電印加密着法を用いて表面温度を40に設定した冷却ロール上で冷却固化して未延伸シートを得た。次いで、100にて縦方向に2.8倍延伸した後、テンター内で予熱工程を経て120で4.9倍の横延伸を施した後、190で10秒間の熱処理を行い、その後180で幅方向に10%の弛緩を加え、幅3000mmのポリエステルフィルムを各々得た。得られたフィルムの全厚みは40 μ m、それぞれの層厚みは4 μ m/32 μ m/4 μ mであった。

【0073】

なお、比較例1のフィルムは、表面形状が極端に平坦になり、滑り性が悪化した為、延伸、熱処理後のフィルムをロール状に巻き取る際に、うまく巻き取ることができず、また、フィルム全面にキズが発生し、製品として成り立たない物であった。

【0074】

< 離型フィルムの製造 >

比較例1以外のフィルムは、下記に示す離型剤組成からなる離型剤を塗布量(乾燥後)が0.1g/m²になるようにリバースグラビアコート方式により塗布し、ドライヤー温度120、ライン速度30m/minの条件でロール状の離型フィルムを得た。

【0075】

(離型剤組成 A)

硬化型シリコーン樹脂(KS-847H:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-50T:信越化学製) 1部
 ポリエーテル変性シリコーンオイル(KF-351:信越化学製) 1部
 MEK/トルエン混合溶媒(混合比率は1:1) 1500部

【0076】

(離型剤組成 - B)

硬化型シリコーン樹脂(KS-847H:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-50T:信越化学製) 1部
 ポリエーテル変性シリコーンオイル(KF-351:信越化学製) 3部
 MEK/トルエン混合溶媒(混合比率は1:1) 1500部

【0077】

(離型剤組成 - C)

硬化型シリコーン樹脂(KS-774:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-4:信越化学製) 10部
 MEK/トルエン混合溶媒(混合比率は1:1) 1500部

【0078】

(離型剤組成 - D)

硬化型シリコーン樹脂(KS-847H:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-50T:信越化学製) 1部
 ポリエーテル変性シリコーンオイル(KF-351:信越化学製) 0.5部
 MEK/トルエン混合溶媒(混合比率は1:1) 1500部

【0079】

(離型剤組成 - E)

硬化型シリコーン樹脂(KS-847H:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-50T:信越化学製) 1部
 MEK/トルエン混合溶媒(混合比率は1:1) 1500部

【0080】

(離型剤組成 - F)

硬化型シリコーン樹脂(KS-847H:信越化学製) 100部
 硬化剤(PL-50T:信越化学製) 1部

10

20

30

40

50

ポリエーテル変性シリコーンオイル (K F - 3 5 1 : 信越化学製) 8 部
 M E K / トルエン混合溶媒 (混合比率は 1 : 1) 1 5 0 0 部

【 0 0 8 1 】

(離型剤組成 - G)

硬化型シリコーン樹脂 (K S - 8 5 4 : 信越化学製) 1 0 0 部
 硬化剤 (P L - 5 0 T : 信越化学製) 1 部
 M E K / トルエン混合溶媒 (混合比率は 1 : 1) 1 5 0 0 部

【 0 0 8 2 】

(離型剤組成 - H)

硬化型シリコーン樹脂 (K S - 8 4 7 H : 信越化学製) 1 0 0 部
 硬化剤 (P L - 5 0 T : 信越化学製) 1 部
 ポリエーテル変性シリコーンオイル (K F - 3 5 1 : 信越化学製) 1 0 部
 M E K / トルエン混合溶媒 (混合比率は 1 : 1) 1 5 0 0 部

10

【 0 0 8 3 】

実施例 8 :

実施例 1 のポリエステルフィルムの製造において、フィルムの厚さを 1 0 μ m とした以外は、実施例 1 と同様の方法で離型フィルムを得た。

【 0 0 8 4 】

(粘着剤層を有する積層フィルムの製造)

実施例および比較例で得られた離型フィルムの離型層表面に、アクリル系粘着剤を乾燥後の厚みが 2 5 μ m となるように塗布し、 1 3 0 の乾燥炉内を通過時間 3 0 秒で通過させた後、厚さ 3 8 μ m のポリエステルフィルムを貼り合せ粘着層を有する積層フィルムを作成した。

20

【 0 0 8 5 】

(アクリル粘着剤塗布液)

アクリル粘着剤 (オリバイン B P S 4 2 9 - 4 : 東洋インキ製) 1 0 0 部
 硬化剤 (B P S 8 5 1 5 : 東洋インキ製) 3 部
 M E K / トルエン混合溶媒 (混合比率は 1 : 1) 5 0 部

【 0 0 8 6 】

以上、得られた結果をまとめて下記表 1 および 2 にまとめて示す。

30

【 0 0 8 7 】

【表 1】

	実施例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
表層原料 配合比 (重量%)	A/ C 90/ 10	A/ C 85/ 15	A/ C 75/ 25	A/ B 80/ 20	A/ B 65/ 35	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10
中間層 原料配合比 (重量%)	A/ C 96/4	A/ C 94/6	A/ C 90/ 10	A/ B 92/ 8	A/ B 86/ 14	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4
写像性値 (%)	94.8	94.1	90.0	95.7	92.1	94.8	94.8	94.8	94.8	94.8
R a (nm)	11.3	14.3	19.4	15.5	24.8	11.3	11.3	11.3	11.3	11.3
配向角の 変動 (度/500mm)	1.6	1.3	1.6	1.4	1.4	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
離型組成	A	A	A	A	A	B	C	A	D	D
プレス接着率 (%)	89	89	89	89	89	83	90	89	93	93
摩擦係数	0.24	0.22	0.18	0.20	0.15	0.13	0.26	0.26	0.28	0.28
剥離力 (F) (mN/cm)	16	16	16	16	16	16	60	17	17	17
フィルム 厚さ (μ m)	40	40	40	40	40	40	40	10	40	40
目視検査性	◎	◎	○	△	△	◎	◎	◎	◎	◎
異物認知性	◎	◎	○	◎	○	◎	◎	◎	◎	◎
ロール汚染	○	○	○	○	○	○	△	○	△	△
加工適正	○	○	○	○	○	○	△	○	○	○
ロール外観	○	○	○	○	○	△	○	○	○	○
離型性	○	○	○	○	○	○	△	○	○	○

【 0 0 8 8 】

【表 2】

	比較例						
	1	2	3	4	5	6	7
表層原料 配合比 (重量%)	A/ C 92/ 8	A/ B 60/ 40	A/ D 75/ 25	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10	A/ C 90/ 10
中間層 原料配合比 (重量%)	A/ C 97/ 3	A/ B 84/ 16	A/ D 95/ 5	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4	A/ C 96/ 4
写像性値 (%)	95.5	90.4	84.5	94.8	94.8	94.8	94.8
R a (nm)	9.1	27.3	20.9	11.3	11.3	11.3	11.3
配向角の 変動 (度/500mm)	1.4	1.3	1.5	1.6	1.6	1.6	1.6
離型組成	—	A	A	E	F	G	H
プレス接着率 (%)	—	89	89	97	71	82	65
摩擦係数	—	0.21	0.21	0.33	0.09	0.10	0.07
剥離力 (F) (mN/cm)	—	16	16	16	16	150	14
フィルム 厚さ (μ m)	—	40	40	40	40	40	40
目視検査性	—	××	◎	◎	◎	◎	◎
異物認知性	—	○	×	◎	◎	◎	◎
ロール汚染	—	○	○	×	○	△	○
加工適正	—	○	○	△	×	△	×
ロール外観	—	○	○	○	△	○	×
離型性	—	○	○	○	○	×	○

10

20

30

40

【産業上の利用可能性】

【0089】

本発明のフィルムは、例えば、光学用の離型フィルムとして好適に利用することができる。