

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年1月19日(19.01.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/010354 A1

- (51) 国際特許分類:
G02B 5/30 (2006.01) *H05B 33/02* (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/069912
- (22) 国際出願日: 2016年7月5日(05.07.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
10-2015-0098157 2015年7月10日(10.07.2015) KR
- (71) 出願人: 住友化学株式会社(SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒1048260 東京都中央区新川二丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 趙 天熙(JO Cheon Hee); 17954 京畿道平澤市浦升邑汝術路44 モアアパートメント201棟501号 Gyeonggi-do (KR). 金 ミン徹(KIM Min Chul); 445160 京畿道華城市東灘中央路220, メタポリス A-1902 Gyeonggi-do (KR). 金 孝東(KIM Hyo Tong); 16409 京畿道水原市勸善區雲路四番ギル 24, 302号 Gyeonggi-do (KR). 崔 允碩(CHOI Yoonseok); 17804 京畿道平澤市▲青▼北面安▲青▼路1ギル ブヨン サランウロ 5次アパートメント508棟104号 Gyeonggi-do (KR). 武藤 清(MUTO Kiyoshi); 〒7638508 香川県丸亀市中津町1515番地 オー・エル・エス有限会社内 Kagawa (JP).
- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目1番1号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命ビル) 9階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: POLARIZER PRODUCTION METHOD

(54) 発明の名称: 偏光子の製造方法

(57) Abstract: The present invention pertains to a polarizer production method. More specifically, the present invention pertains to a method in which, in a production process performed with steps for the dry-stretching, stress relaxation, dyeing, and crosslinking of a polarizer-forming film, by performing the dry-stretching step such that the crystallinity of the film satisfies the range of 0.6 to 0.8, breakage of the film does not occur during the dyeing and crosslinking steps even when a thin film is used, and thus it is possible to improve the yield of the polarizer and it is possible to produce a polarizer with excellent optical properties.

(57) 要約: 本発明は偏光子の製造方法に関し、より詳細には、偏光子形成用フィルムを乾式延伸、応力緩和、染色及び架橋するステップで行われる製造工程中、乾式延伸ステップをフィルムの結晶化度が0.6乃至0.8を満足するように行うことにより、薄膜のフィルムを用いても染色または架橋工程でフィルムの切断が発生しないため偏光子の生産性を向上させることができ、光学特性に優れた偏光子を製造することができる方法に関する。



WO 2017/010354 A1

明 細 書

発明の名称： 偏光子の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、偏光子の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 液晶表示装置（LCD）、電界発光（EL）表示装置、プラズマ表示装置（PDP）、電界放出表示装置（FED）、有機発光ダイオード（OLED）などのような各種の画像表示装置に用いられている偏光板は、一般的にポリビニルアルコール系（polyvinyl alcohol、PVA）フィルムにヨウ素系化合物または二色性偏光物質が吸着配向された偏光子を含み、偏光子の一面には偏光子保護フィルムが積層されており、偏光子の他の一面には偏光子保護フィルム、液晶セルと接合される粘着剤層と離型フィルムが順に積層された多層構造を有する。

[0003] 偏光板を構成する偏光子は画像表示装置に適用され、色再現性に優れた画像を提供するために高い透過率及び偏光度を兼備することが要求される。これを具現するために、ポリビニルアルコール系フィルム自体を改質するか、または昇華性があるヨウ素系偏光素子の代わりに非昇華性二色性染料を使用する方法を用いて偏光子を製造されている。

[0004] このような側面で、薄膜のポリビニルアルコール系フィルムを用いて高い透過率を具現することができるが、薄膜のため製造工程中（特に、染色または、架橋ステップ）にフィルムが容易に切断され、偏光度などの光学特性が顕著に低下するという問題があった。

[0005] 韓国公開特許第10-2009-0070085号には偏光子の製造方法が開示されているが、上記の問題点に対する代案を提示できていない。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：韓国公開特許第10-2009-0070085号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0007] 本発明は、光学特性に優れた偏光子を製造することができ、製造工程中に偏光子形成用フィルムの切断が発生することを減少させ、生産性を向上させた偏光子の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0008] 1. 偏光子形成用フィルムを乾式延伸、応力緩和、染色及び架橋するステップを含み、
前記乾式延伸ステップは、前記フィルムの結晶化度が0.6乃至0.8を満足するように行われる、偏光子の製造方法。
- [0009] 2. 上記1において、前記フィルムの結晶化度は0.61乃至0.75である、偏光子の製造方法。
- [0010] 3. 上記1において、前記偏光子形成用フィルムの厚みは10乃至30 μ mである、偏光子の製造方法。
- [0011] 4. 上記1において、前記乾式延伸ステップのフィルムの延伸比は4乃至5倍である、偏光子の製造方法。
- [0012] 5. 上記1において、前記乾式延伸ステップは120乃至140℃で行われる、偏光子の製造方法。
- [0013] 6. 上記1において、前記応力緩和ステップは20乃至50℃の応力緩和用水溶液に浸漬して行われる、偏光子の製造方法。
- [0014] 7. 上記1において、前記応力緩和ステップは40乃至180秒間行われる、偏光子の製造方法。
- [0015] 8. 上記1において、前記応力緩和ステップのフィルムの延伸比は0.9乃至1倍である、偏光子の製造方法。
- [0016] 9. 上記1において、前記染色ステップは5乃至42℃の染色用水溶液に浸漬して行われる、偏光子の製造方法。
- [0017] 10. 上記1において、前記染色ステップは60秒乃至200秒間行われる、偏光子の製造方法。

- [0018] 11. 上記1において、前記染色ステップのフィルムの延伸比は1乃至1.1倍である、偏光子の製造方法。
- [0019] 12. 上記1において、前記架橋ステップは20乃至90℃の架橋用水溶液に浸漬して行われる、偏光子の製造方法。
- [0020] 13. 上記1において、前記架橋ステップは1秒乃至15分間行われる、偏光子の製造方法。
- [0021] 14. 上記1において、前記架橋ステップのフィルムの延伸比は0.99乃至1.65倍である、偏光子の製造方法。
- [0022] 15. 上記1において、前記架橋ステップの後、水洗及び乾燥ステップをさらに含む、偏光子の製造方法。

発明の効果

- [0023] 本発明の偏光子の製造方法は、湿式工程に入る前に乾式延伸工程を行い、前記乾式工程中にフィルムの結晶化度を特定の範囲にすることにより、製造工程中にフィルムの切断が生じず、生産性に優れる。
- [0024] 本発明の偏光子の製造方法は、光学特性に優れた偏光子を製造することができる。

発明を実施するための形態

- [0025] 本発明は偏光子の製造方法に関し、より詳細には、偏光子形成用フィルムを乾式延伸、応力緩和、染色及び架橋するステップで行われる製造工程中、乾式延伸ステップをフィルムの結晶化度が0.6乃至0.8を満足するように行うことにより、薄膜のフィルムを用いても染色または架橋工程でフィルムの切断が発生しないため偏光子の生産性を向上させることができ、光学特性に優れた偏光子を製造することができる方法に関する。
- [0026] 偏光子は、適用されるディスプレイが要求する光学特性を具現するために、偏光子形成用フィルムの材料、工程条件などを適切に調節して製造されるが、OLEDに用いられる偏光子の場合、高い透過率を有する偏光子が要求されることもある。このような、高い透過率を有する偏光子を製造するために、薄膜の偏光子形成用フィルムを用いたが、この場合、製造工程中（特に

、染色または、架橋ステップ）にフィルムが容易に切断され、偏光度などの光学特性が顕著に低下するという問題があった。

[0027] そこで、本発明は湿式工程に入る前に乾式延伸工程を行い、乾式延伸ステップを通じて適正な結晶化度を有するフィルムを製造することにより、薄膜のフィルムを用いても前述した問題が発生しない偏光子の製造方法を導き出した。

[0028] 本発明の偏光子の製造方法は、偏光子形成用フィルムを乾式延伸、応力緩和、染色及び架橋するステップで行われる。

[0029] 以下、本発明の一実施例を挙げてより詳細に説明することとする。

[0030] <乾式延伸ステップ>

本発明による偏光子の製造方法は、湿式工程に入る前に偏光子形成用フィルムを乾式延伸する工程を行う。

[0031] 前記乾式延伸ステップにより、フィルムの結晶化度が0.6乃至0.8を満足するように延伸されることにより、フィルムの強度が改善して、薄膜に製造しても後述する湿式工程（特に、染色及び架橋ステップ）でフィルムの切断発生率を減少させることができ、これによって偏光子の生産性が向上する。また、乾式延伸ステップの終了時にフィルムの結晶化度が前記結晶化度の範囲を満足する場合、偏光度が低下しにくい。

[0032] 本発明で「結晶化度」とは、乾式延伸工程を経た偏光子形成用フィルムに対して、前記フィルムを成す高分子の結晶部分と非結晶部分の全体のうちの結晶部分に対する割合を意味し、前記結晶化度は当分野に通常知られた方法を通じて測定することができる。

[0033] 本発明による乾式延伸ステップで、乾式延伸終了時のフィルムの結晶化度が0.6未満である場合、後述する染色及び架橋工程で切断が容易に発生し、乾式延伸終了時のフィルムの結晶化度が0.8を超える場合、光学特性、特に、偏光度が低下し得る。また、前記フィルムの結晶化度は好ましくは0.61乃至0.75であってもよく、この場合、前述した問題点なしにより優れた光学特性を具現することができる。

[0034] 前記結晶化度は当分野で公知の方法によって具現することができ、例えば、MD方向への延伸倍率を高くすると延伸後の結晶化度が高くなる傾向があるので延伸倍率の調整により結晶化度を制御でき、さらに、フィルムの温度、偏光子形成用フィルムの材料、添加剤（可塑剤など）の種類及び含量、フィルムの水分率などを適正範囲に調節することによっても具現することができ、これに限定されるものではない。

[0035] 本発明による偏光子形成用フィルムは、前述した本発明の乾式延伸工程を容易に行うことができるものであって、二色性物質、すなわちヨウ素などによって染色可能なフィルムであればその種類が特に限定されず、例えばポリビニルアルコールフィルム、部分的に鹸化されたポリビニルアルコールフィルム；ポリエチレンテレフタレートフィルム、エチレン-酢酸ビニル共重合体フィルム、エチレン-ビニルアルコール共重合体フィルム、セルロースフィルム、これらの部分的に鹸化されたフィルムなどのような親水性高分子フィルム；または脱水処理されたポリビニルアルコール系フィルム、脱塩酸処理されたポリビニルアルコール系フィルムなどのようなポリエー配向フィルムなどが挙げられる。これらの中で、面内で偏光度の均一性を強化する効果に優れているだけでなく、ヨウ素に対する染色親和性に優れているという点で、ポリビニルアルコール系フィルムが好ましい。

[0036] 前記偏光子形成用フィルムの厚みは特に限定されないが、例えば、10乃至30 μm であってもよく、上記の範囲を満足する場合、優れた透過率を具現することができ、本発明の製造工程を通じて十分な強度を確保し、後述する湿式工程でフィルムの切断が生じないため適合する。

[0037] 本発明の乾式延伸ステップで、フィルムの延伸比は特に限定されないが、約4乃至5倍であってもよく、好ましくは4.0乃至4.8倍であってもよい。上記の範囲を満足する場合、前述した適正な結晶化度を具現することに適合し、約5倍を超える場合、染色工程でヨウ素の染色性が低下して要求される光学特性を具現し難い。

[0038] 本発明の乾式延伸ステップの遂行温度は特に限定されないが、例えば、1

20乃至140℃であってもよく、好ましくは125乃至135℃であってもよい。上記の範囲を満足する場合、前述した適正な結晶化度を具現することに適合し、140℃を超える場合、結晶化度が過度に高くなり、染色工程でヨウ素の染色性が低下して要求される光学特性を具現し難い。

[0039] 本発明の乾式延伸ステップの遂行時間は特に限定されないが、前述した適正な結晶化度に到達する範囲内で適切に行うことができ、例えば、1秒乃至1分間行うことができ、好ましくは5乃至30秒間行うことができる。

[0040] 本発明の乾式延伸ステップの遂行方法は特に限定されないが、例えば、フィルムに張力を付与して加圧ロールによって圧延する方法、フィルムに張力を付与して加熱ロールに接触させる方法、加熱オーブンの内部または外部に設置されたロール間でフィルムを加熱しつつ引張力を加えながら延伸する方法、2つの加熱ロールの間を通過させて圧縮延伸させる方法などが挙げられ、このとき、前述した乾式延伸ステップの遂行温度は、延伸用のロールやオーブンの温度を調節することにより具現することができる。

[0041] 本発明による偏光子の製造方法において、偏光子形成用フィルムの延伸は、乾式延伸ステップの他に、後述する湿式工程（応力緩和、染色、架橋工程など）で同時に行うことができる。

[0042] <応力緩和ステップ>

本発明による偏光子の製造工程は、乾式延伸の後、応力緩和ステップを行う。

[0043] 応力緩和ステップは、乾式延伸後の偏光子形成用フィルムを染色工程の前に応力緩和用水溶液で満たされた応力緩和槽に浸漬し、フィルム表面上に堆積したほこりまたはブロッキング防止剤のような不純物を取り除き、偏光子形成用フィルムの応力を緩和させ、染色性を向上させて染色不均一性も防止し、偏光子の物性を向上させるためのステップである。

[0044] 応力緩和用水溶液としては、通常、水（純水、脱イオン水）を単独で用いてもよく、高分子フィルムの加工性を向上させるために、少量のグリセリンまたはヨウ化カリウムを添加してもよい。

- [0045] グリセリン及びヨウ化カリウムを含む場合、その含量は特に限定されず、例えば応力緩和用水溶液の総重量中それぞれ5重量%以下、10重量%以下であってもよい。
- [0046] 応力緩和ステップの遂行温度（応力緩和用水溶液の温度）は特に限定されず、例えば20乃至50℃であってもよく、好ましくは25乃至40℃であるのがよい。応力緩和ステップの温度が上記の範囲内である場合、応力緩和が適切に行われ、フィルムの切断発生を顕著に減少させることができる。
- [0047] 応力緩和ステップの遂行時間（応力緩和槽浸漬時間）は特に限定されず、例えば40秒乃至180秒以下であってもよく、好ましくは90秒以下であるのがよい。応力緩和ステップの遂行時間が上記の範囲内である場合、応力緩和ステップの温度が上記の範囲内である場合、応力緩和が適切に行われ、フィルムの切断発生を顕著に減少させることができる。
- [0048] 応力緩和ステップとともに湿式延伸ステップを同時に行うことができ、この場合、前記応力緩和ステップの延伸比は約0.9乃至1倍であってもよく、上記の範囲内で、光学特性の低下なしに適正範囲で応力緩和を行うことができる。
- [0049] <染色ステップ>
- 本発明による偏光子の製造方法は、前記応力緩和ステップの後、染色ステップを行う。
- [0050] 染色ステップは、偏光子形成用フィルムを二色性物質、例えばヨウ素を含む染色用水溶液で満たされた染色槽に浸漬させ、偏光子形成用フィルムにヨウ素を吸着させるステップである。
- [0051] 染色用水溶液は、水、水溶性有機溶媒またはこれらの混合溶媒とヨウ素を含むものであってもよい。
- [0052] 前記染色用水溶液内のヨウ素の濃度は、染色液中0.4乃至400mmol/Lであってもよく、好ましくは0.8乃至275mmol/L、より好ましくは1乃至200mmol/Lであってもよい。
- [0053] また、前記染色用水溶液は、染色効率の改善のために溶解補助剤としてヨ

ウ化物をさらに含んでもよい。

[0054] ヨウ化物の種類は特に限定されず、例えばヨウ化カリウム、ヨウ化リチウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化亜鉛、ヨウ化アルミニウム、ヨウ化鉛、ヨウ化銅、ヨウ化バリウム、ヨウ化カルシウム、ヨウ化錫、ヨウ化チタンなどが挙げられ、水に対する溶解度が大きいという点でヨウ化カリウムが好ましい。これらは単独または2種以上混合して用いてもよい。

[0055] 前記ヨウ化物の含量は特に限定されず、例えば染色用水溶液の総重量中0.01乃至10重量%であってもよく、好ましくは0.1乃至5重量%であるのがよい。

[0056] また、前記染色用水溶液は偏光子形成用フィルムのヨウ素錯体含量を増加させるためにホウ酸をさらに含んでもよい。

[0057] 前記ホウ酸の含量は特に限定されず、例えば染色用水溶液の総重量中0.3乃至5重量%であってもよい。上記の範囲を満足する場合、 $PVA-I_3$ -錯体及び $PVA-I_5$ -錯体の含量が増加するため好ましく、但し、5重量%を超える場合、フィルムの切断の危険性が増加するようになる。

[0058] 染色ステップの遂行温度（染色用水溶液の温度）は特に限定されないが、例えば5乃至42℃であってもよく、好ましくは10乃至35℃であるのがよい。染色ステップの温度が上記の範囲内である場合、フィルムの切断なしにヨウ素がフィルムに効果的に吸着して優れた光学特性を具現することができる。

[0059] 染色ステップの遂行時間（染色槽浸漬時間）は特に限定されず、例えば60乃至200秒であってもよく、好ましくは80乃至150秒であってもよい。染色ステップの時間が上記の範囲内である場合、フィルムの切断なしにヨウ素がフィルムに効果的に吸着して優れた光学特性を具現することができる。

[0060] 染色ステップとともに湿式延伸ステップを同時に行うことができ、この場合、前記染色ステップの延伸比は約1乃至1.1倍であってもよく、上記の範囲内で、フィルムの切断なしに優れた光学特性を具現することができる。

[0061] また、応力緩和ステップ及び染色ステップでの累積延伸比は0.9乃至1.1倍であることが好ましく、前記累積延伸比が0.9倍未満である場合、フィルムにしわが発生して外観不良が発生する場合があります、1.1倍を超える場合、延伸ムラが発生する場合があります。

[0062] <架橋ステップ>

本発明による偏光子の製造方法は、前記染色ステップの後、架橋ステップを行う。

[0063] 架橋ステップは、物理的に吸着されているヨウ素分子による染色性が外部環境によって低下しないように、染色された偏光子形成用フィルムを架橋用水溶液に浸漬させて架橋し、吸着されたヨウ素分子を固定させるステップである。二色性染料であるヨウ素は架橋反応が不十分な場合、湿熱環境によりヨウ素分子が脱離することがあり、十分な架橋反応が要求される。また、偏光子形成用フィルムは、分子と分子との間に位置するヨウ素分子を配向させ、光学特性を向上させるためには、架橋ステップで大きい延伸比で延伸されることが好ましい。

[0064] よって、前記架橋ステップは第1架橋ステップ及び第2架橋ステップによって行うことができ、前記ステップの少なくとも1つのステップで、ホウ素化合物を含む架橋用水溶液を用いてもよく、この場合、前記ホウ素化合物によって偏光子の光学特性の向上と同時に色耐久性が向上することができるため好ましい。

[0065] 架橋用水溶液は水とホウ素化合物を含んでいてもよく、水と共に相互作用可能な有機溶媒及びヨウ化物をさらに含んでいてもよい。

[0066] ホウ素化合物は、短い架橋結合とフィルムの剛直性を付与し、工程中のフィルムのしわ発生を抑制することにより、取扱性を向上させ、ヨウ素配向を形成する役割をする。

[0067] 前記架橋用水溶液内のホウ素化合物の濃度は特に限定されず、例えば架橋用水溶液の総重量中1乃至10重量%であってもよく、上記の範囲を満足する場合、適正範囲に架橋され、優れた光学特性を具現することができる。ま

た、1重量%未満である場合、架橋効果が減少してフィルムにおける剛直性が低下する場合があります、10重量%を超える場合、過度な架橋結合によってフィルムの切断が発生する場合があります。

[0068] また、架橋用水溶液は、偏光子の面内での偏光度の均一性と染着されたヨウ素の脱着を防止するため、ヨウ化物をさらに含んでいてもよい。

[0069] 前記架橋用水溶液内のヨウ化物の含量は特に限定されないが、例えば架橋用水溶液の総重量中0.05乃至15重量%であってもよく、好ましくは0.5乃至11重量%であってもよい。上記の範囲を満足する場合、染色ステップで吸着されたヨウ素イオンがフィルムから抜け出たり架橋液に含まれたヨウ素イオンがフィルムに浸透したりすることを防ぎ、透過率の変化を抑制することができる。

[0070] 架橋ステップの遂行温度（架橋用水溶液の温度）は特に限定されないが、例えば20乃至90℃であってもよく、好ましくは50乃至75℃であってもよく、架橋ステップの温度が上記の範囲内である場合、フィルムの切断なしにヨウ素が適正範囲に配向され、優れた光学特性を具現することができる。

[0071] 架橋ステップの遂行時間（架橋槽浸漬時間）は特に限定されず、例えば1秒乃至15分であってもよく、好ましくは5秒乃至10分であるのがよい。架橋ステップの時間が上記の範囲内である場合、フィルムの切断なしにヨウ素が適正範囲に配向され、優れた光学特性を具現することができる。

[0072] 架橋ステップとともに湿式延伸ステップを同時に行うことができ、この場合、前記架橋ステップの延伸比は約0.99乃至1.65倍であってもよく、上記の範囲内で、フィルムの切断なしにヨウ素が適正範囲に配向され、優れた光学特性を具現することができ、これによって偏光子の生産性を向上させることができる。

[0073] また、前記架橋ステップが第1架橋ステップ及び第2架橋ステップによって行われる場合、第1架橋ステップの延伸比は約1.1乃至1.5倍であってもよく、第2架橋ステップの延伸比は約1乃至1.3倍であってもよく、

第1架橋ステップ及び第2架橋ステップの累積延伸比は約1.1乃至2.5倍であってもよい。

[0074] <水洗ステップ>

必要に応じて、本発明の偏光子の製造方法は、架橋ステップが完了した後に水洗ステップをさらに含んでもよい。

[0075] 水洗ステップは、延伸及び架橋が完了した偏光子形成用フィルムを水洗用水溶液で満たされた水洗槽に浸漬させ、前のステップで偏光子形成用フィルムに付着した不要な残留物を取り除くステップである。

[0076] 水洗用水溶液は水（脱イオン水）であってもよく、これにヨウ化物がさらに添加されてもよい。

[0077] 水洗ステップの遂行温度（水洗用水溶液の温度）は特に限定されず、例えば0乃至60℃であってもよく、好ましくは5乃至30℃であってもよい。

[0078] 水洗ステップは省略可能であり、応力緩和ステップ、染色ステップ及び架橋ステップのような前のステップが完了するたびに行うこともできる。また、1回以上繰り返してもよく、その繰り返し回数は特に制限されない。

[0079] <乾燥ステップ>

乾燥ステップは、水洗された偏光子形成用フィルムを乾燥させ、乾燥によるネックインで染着されたヨウ素分子の配向をより向上させ、光学特性に優れた偏光子を得るステップである。

[0080] 乾燥方法は特に限定されないが、自然乾燥、エア乾燥、加熱乾燥、遠赤外線乾燥、マイクロ波乾燥、熱風乾燥などの方法を用いることができ、最近ではフィルム内にある水のみを活性化させて乾燥させるマイクロ波処理が新たに用いられており、通常、熱風処理と遠赤外線処理が主に用いられている。

[0081] 熱風乾燥時の遂行温度は特に限定されないが、偏光子の劣化を防止するために比較的低い温度で行われることが好ましく、例えば20乃至105℃であってもよく、好ましくは100℃以下であるのがよい。

[0082] 前記熱風乾燥の遂行時間は特に限定されず、例えば1乃至10分間行うことができる。

- [0083] 本発明による偏光子の製造方法は、前述のステップのうちの乾式延伸ステップ及び乾燥ステップを除いた残りのステップは全て恒温水槽内で偏光子形成用フィルムを浸漬して行われるものであってもよい。
- [0084] 前記偏光子の製造方法による偏光子に関し、前記偏光子は少なくとも一面に保護フィルムが積層された偏光板を製造するのに用いることができる。
- [0085] 前記保護フィルムの種類は、透明性、機械的強度、熱安定性、水分遮蔽性、等方性などに優れたフィルムであれば特に限定されず、具体的な例を挙げると、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンイソフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル系樹脂；ジアセチルセルロース、トリアセチルセルロースなどのセルロース系樹脂；ポリカーボネート系樹脂；ポリメチル（メタ）アクリレート、ポリエチル（メタ）アクリレートなどのポリアクリル系樹脂；ポリスチレン、アクリロニトリルスチレン共重合体などのスチレン系樹脂；ポリエチレン、ポリプロピレン、シクロ系またはノルボルネン構造を有するポリオレフィン、エチレンプロピレン共重合体などのポリオレフィン系樹脂；ナイロン、芳香族ポリアミドなどのポリアミド系樹脂；イミド系樹脂；ポリエーテルスルホン系樹脂；スルホン系樹脂；ポリエーテルケトン系樹脂；硫化ポリフェニレン系樹脂；ビニルアルコール系樹脂；塩化ビニリデン系樹脂；ビニルブチラル系樹脂；アリレート系樹脂；ポリオキシメチレン系樹脂；エポキシ系樹脂などのような熱可塑性樹脂で構成されたフィルムが挙げられ、前記熱可塑性樹脂のブレンド物で構成されたフィルムも用いることができる。また、（メタ）アクリル系、ウレタン系、エポキシ系、シリコン系などの熱硬化性樹脂または紫外線硬化型樹脂からなるフィルムを用いることもできる。これらの中でも特にアルカリなどによって鹼化された表面を有するセルロース系フィルムが偏光特性または耐久性を考慮すると好ましい。また、保護フィルムは下記の光学層の機能を兼備したものであってもよい。
- [0086] 前記偏光板の構造は特に制限されず、必要な光学特性を満足させることができる様々な種類の光学層が偏光子上に積層されたものであってもよい。例

えば、偏光子の少なくとも一面に偏光子を保護する保護フィルムが積層された構造；偏光子の少なくとも一面または保護フィルム上に、ハードコーティング層、反射防止層、粘着防止層、拡散防止層、防眩層などの表面処理層が積層された構造；偏光子の少なくとも一面または保護フィルム上に、視野角を補償する配向液晶層、または他の機能性膜が積層された構造を有するものであってもよい。また、各種の画像表示装置を形成することに用いられる偏光変換装置のような光学膜、リフレクタ、半透過板、 $1/2$ 波長板または $1/4$ 波長板などの波長板（ λ 板を含む）を含む位相差板、視野角補償膜、輝度向上膜のうちの1つ以上が光学層として積層された構造であってもよい。より詳細には、偏光子の一面に保護フィルムが積層された構造の偏光板であって、積層された保護フィルム上にリフレクタまたは半透過リフレクタが積層された反射型偏光板または半透過型偏光板；位相差板が積層された楕円形または円形偏光板；視野角補償層または視野角補償膜が積層された広視野角偏光板；或いは輝度向上膜が積層された偏光板などが好ましい。

[0087] このような偏光板は、通常の液晶表示装置だけではなく、有機電界発光表示装置（O L E D）、プラズマ表示装置、電界放出表示装置などの各種の画像表示装置に適用可能である。

[0088] 以下、本発明の理解を助けるために好ましい実施例を提示するが、これらの実施例は本発明を例示するものに過ぎず、クレーム範囲を制限するものではなく、本発明の範疇及び技術思想の範囲内で実施例に対する様々な変更及び修正が可能であることは当業者にとって明らかであり、これらの変形及び修正が添付のクレーム範囲に属することも当然のことである。

[0089] 実施例及び比較例

（実施例1）

$30\mu\text{m}$ の厚さを有し鹼化度が99.9%以上である透明な未延伸ポリビニルアルコールフィルム（PE30、KURARAY社）を 120°C の熱ロールで4倍乾式延伸した。延伸後にフィルムの結晶化度を測定した。

[0090] その後、乾式延伸済のフィルムを 25°C の水（脱イオン水）に1分20秒

間浸漬して応力緩和させた後、ヨウ素 1.25 mM/L とヨウ化カリウム 1.25 重量%、ホウ酸 0.3 重量%が含有された 30℃の染色用水溶液に 2 分浸漬して染色した。このとき、応力緩和及び染色ステップでそれぞれ 0.92 倍、1.002 倍の延伸比で延伸して、応力緩和槽から染色槽までの累積延伸比が 0.922 になるように延伸した。次いで、ヨウ化カリウム 10 重量%、ホウ酸 8 重量%が含有された 65℃の架橋液に 30 秒間浸漬（第 1 架橋ステップ）して架橋させながら、1.3 倍の延伸比で延伸した。その後、ヨウ化カリウム 10 重量%、ホウ酸 8 重量%が含有された 65℃の架橋液に 20 秒間浸漬（第 2 架橋ステップ）して架橋させながら、1.03 倍の延伸比で延伸した。

[0091] このとき、応力緩和、染色及び架橋ステップの総累積延伸比が 1.234 倍になるようにした。架橋が完了した後、ポリビニルアルコールフィルムを 100℃のオーブンで 1 分間乾燥させて偏光子を製造し、製造された偏光子の透過率は 43.5%であった。

[0092] 以下、実施例 1 乃至 10 及び比較例 1 乃至 7 の全ての透過率が 43.5%（偏差 0.2%）の範囲内となるようにサンプルを製作した。

[0093] （実施例 2 乃至 7 及び比較例 1 乃至 4）

下記の表 1 に記載された乾式延伸倍率及び乾式延伸温度を調節したことを除いては、実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0094] （比較例 5）

乾式延伸を行わないことを除いては、実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0095] （実施例 8）

ポリビニルアルコールフィルムの厚みが 20 μm で異なることを除いては、実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0096] （実施例 9）

水に 1 分 30 秒浸漬して応力緩和する以外は実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0097] (実施例 10)

40℃の水に浸漬して応力緩和する以外は実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0098] (実施例 11)

40℃の水に 1 分 30 秒浸漬して応力緩和する以外は実施例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0099] (比較例 6)

ポリビニルアルコールフィルムの厚みが 60 μm で異なることを除いては、比較例 1 と同様の方法で偏光子を製造した。

[0100] [表1]

表 1	乾式延伸倍率 (倍)	乾式延伸温度 (℃)	乾式延伸後のフィルム の結晶化度	応力緩和温度 (℃)	応力緩和時間 (秒)	応力緩和延伸比 (倍)
実施例 1	4	120	0.62	25	80	0.92
実施例 2	4	130	0.64	25	80	0.92
実施例 3	4	140	0.66	25	80	0.92
実施例 4	4.5	130	0.68	25	80	0.92
実施例 5	4.5	140	0.71	25	80	0.92
実施例 6	5	130	0.7	25	80	0.92
実施例 7	5	140	0.74	25	80	0.92
実施例 8	4.5	140	0.62	25	80	0.92
実施例 9	4	120	0.62	25	90	0.918
実施例 1	4	120	0.62	40	80	0.905
実施例 1	4	120	0.62	40	90	0.904
比較例 1	3.5	120	0.56	25	80	0.92
比較例 2	5.5	140	0.82	25	80	0.92
比較例 3	4.5	155	0.81	25	80	0.92
比較例 4	3	130	0.56	25	80	0.92
比較例 5	-	-	0.48	25	80	-
比較例 6	5.5	145	0.85	25	80	0.92

[0101] <乾式延伸後のフィルムの結晶化度>

吸光度の測定:ポリビニルアルコール系フィルムを乾式延伸後、幅及び長さを 10 * 10 mm 以上にカットした後、ATR-IR法(Attenuated total Reflection Infrared Spectroscopy;全反射減衰赤外分光法)による赤外分光スペクトルをフーリエ変換赤外分光光度計(Thermo fisher scientific社製赤外分光光度計:NICOLET 5700, Pike Technology社製ATRユニット:VeeMAXIII)を

用いて、以下の条件で吸光度の測定を行った。

スキャン回数：16回、

Final format：吸光モード、

測定角度：45度

波数分解能：4 cm⁻¹

測定波数範囲：400～4000 cm⁻¹

スキンスピード：9.6 kHz、

ローパスフィルタ：Auto

光源：IR (ceramic)

ビームスプリッタ：KBr

検出器：DTGS KBr

結晶はZnSe

測定方向：光の入射方向と偏光子吸収軸方向が平行となるように測定

[0102] 結晶化度は下記の式を用いて求める。（C＝結晶化度）

[数1]

$$C = \frac{A_{1143\text{cm}^{-1}} - A_{2000\text{cm}^{-1}}}{A_{1093\text{cm}^{-1}} - A_{2000\text{cm}^{-1}}}$$

式中、 A_{1143} 、 A_{1093} 及び A_{2000} はそれぞれ波数1143、1093及び2000 cm⁻¹における吸光度である。

[0103] <偏光子の特性評価>

上記の実施例及び比較例において製造された偏光子の物性を下記の方法で測定し、その結果を下記の表2に示した。

[0104] 1. 光学特性（偏光度、透過率）

[0105] 製造された偏光子を4 cm×4 cmのサイズに切断した後、紫外可視光線分光計（V-7100、JASCO社製）を用いて透過率を測定した。このとき、偏光度は下記の式（1）で定義される。

[0106] 偏光度（P）＝ $\left[(T_1 - T_2) / (T_1 + T_2) \right]^{1/2}$ (1)

[0107] (式中、 T_1 は一对の偏光子を吸収軸が平行な状態で配置した場合に得られる平行透過率であり、 T_2 は一对の偏光子を吸収軸が直交する状態で配置した場合に得られる直交透過率である)。

[0108] 2. 切断評価

[0109] 実施例及び比較例の条件で偏光子製造時に切断の有／無の発生について下記の評価基準に基づいて目視で確認した。

[0110] <評価基準>

○：フィルムの切断やクラックが全く発生しない

△：フィルムの切断又はクラックが2回以下発生

X：フィルムの切断又はクラックが3回以上発生

[0111] [表2]

表 2	偏光度 (%)	切断評価
実施例 1	99.994	○
実施例 2	99.994	○
実施例 3	99.993	○
実施例 4	99.991	○
実施例 5	99.992	○
実施例 6	99.988	○
実施例 7	99.989	○
実施例 8	99.991	○
実施例 9	99.993	○
実施例 10	99.994	○
実施例 11	99.994	○
比較例 1	99.992	X
比較例 2	99.956	△
比較例 3	99.951	△
比較例 4	99.993	X
比較例 5	99.985	X
比較例 6	99.973	△

[0112] 前記表2から分かるように、本発明による製造方法によって製造された偏光子は、優れた光学特性を示すとともに、製造工程中に切断がいずれも発生しなかった。

[0113] 乾式延伸ステップの後、結晶化度が本発明の範囲を逸脱する比較例1乃至4及び6の場合、工程中にフィルムの切断が発生するかまたは微細クラック

が多量発生したことが確認でき、結晶化度が本発明の上限範囲を逸脱する比較例 2、3 及び 6 の場合、光学特性が顕著に低下することが確認できた。

[0114] 特に、乾式延伸ステップを全く行わない比較例 5 の場合、製造工程中に切断が多量発生したことが確認できた。

[0115] また、実施例 8 と比較例 6 を比べる場合、実施例 8 の場合は $20\ \mu\text{m}$ の薄膜のフィルムを用いる場合にも切断が生じなかったが、結晶化度が本発明の範囲を逸脱する比較例 8 は、 $60\ \mu\text{m}$ にもかかわらず、フィルムに切断が 2 回以下で発生したことが確認できた。

請求の範囲

- [請求項1] 偏光子形成用フィルムを乾式延伸、応力緩和、染色及び架橋するステップを含み、
前記乾式延伸ステップは、前記フィルムの結晶化度が0.6乃至0.8を満足するように行われる、偏光子の製造方法。
- [請求項2] 前記フィルムの結晶化度は0.61乃至0.75である、請求項1に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項3] 前記偏光子形成用フィルムの厚みは10乃至30 μm である、請求項1又は2に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項4] 前記乾式延伸ステップのフィルムの延伸比は4乃至5倍である、請求項1～3のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項5] 前記乾式延伸ステップは120乃至140℃で行われる、請求項1～4のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項6] 前記応力緩和ステップは20乃至50℃の応力緩和用水溶液に浸漬して行われる、請求項1～5のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項7] 前記応力緩和ステップは40乃至180秒間行われる、請求項1～6のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項8] 前記応力緩和ステップのフィルムの延伸比は0.9乃至1倍である、請求項1～7のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項9] 前記染色ステップは5乃至42℃の染色用水溶液に浸漬して行われる、請求項1～8のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項10] 前記染色ステップは60乃至200秒間行われる、請求項1～9のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項11] 前記染色ステップのフィルムの延伸比は1乃至1.1倍である、請求項1～10のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項12] 前記架橋ステップは20乃至90℃の架橋用水溶液に浸漬して行われる、請求項1～11のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。

- [請求項13] 前記架橋ステップは1秒乃至15分間行われる、請求項1～12のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項14] 前記架橋ステップのフィルムの延伸比は0.99乃至1.65倍である、請求項1～13のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。
- [請求項15] 前記架橋ステップの後、水洗及び乾燥ステップをさらに含む、請求項1～14のいずれか1項に記載の偏光子の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/069912

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G02B5/30(2006.01)i, H01L51/50(2006.01)i, H05B33/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G02B5/30, H01L51/50, H05B33/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 10-39137 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 13 February 1998 (13.02.1998), entire text; particularly, paragraphs [0006] to [0016], [0018] to [0025] (Family: none)	1-15
Y	JP 2003-240946 A (Nitto Denko Corp.), 27 August 2003 (27.08.2003), entire text; all drawings; particularly, paragraphs [0014] to [0026], [0068] to [0073] (Family: none)	1-15



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 September 2016 (23.09.16)

Date of mailing of the international search report

11 October 2016 (11.10.16)

Name and mailing address of the ISA/

Japan Patent Office

3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,

Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/069912

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2015/064433 A1 (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 07 May 2015 (07.05.2015), entire text; all drawings; particularly, paragraphs [0065] to [0090], [0209] to [0211] & US 2016/0252660 A1 entire text; all drawings; particularly, paragraphs [0104] to [0139], [0278] to [0280] & JP 5952505 B2 & TW 201527480 A & KR 10-2016-0078389 A	1-15

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G02B5/30(2006.01)i, H01L51/50(2006.01)i, H05B33/02(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G02B5/30, H01L51/50, H05B33/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 10-39137 A（住友化学工業株式会社）1998.02.13, 全文、特に、段落[0006]-[0016]、[0018]-[0025]（ファミリーなし）	1-15
Y	JP 2003-240946 A（日東電工株式会社）2003.08.27, 全文、全図、特に、段落[0014]-[0026]、[0068]-[0073]（ファミリーなし）	1-15

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23.09.2016

国際調査報告の発送日

11.10.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

森内 正明

電話番号 03-3581-1101 内線 3271

20

9222

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	WO 2015/064433 A1 (住友化学株式会社) 2015.05.07, 全文、全図、特に、段落[0065]-[0090]、[0209]-[0211] & US 2016/0252660 A1、全文、全図、特に、段落[0104]-[0139]、[0278]-[0280] & JP 5952505 B2 & TW 201527480 A & KR 10-2016-0078389 A	1-15