



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0098809
(43) 공개일자 2008년11월12일

(51) Int. Cl.

C08J 5/18 (2006.01) *B29D 7/01* (2006.01)

G02B 5/30 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0044139

(22) 출원일자 2007년05월07일

심사청구일자 없음

(71) 출원인

주식회사 엘지화학

서울특별시 영등포구 여의도동 20

(72) 발명자

박준욱

대전 유성구 전민동 엑스포아파트 205동 603호

최경식

서울 강서구 화곡7동 350-25 신영빌라 502호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인필앤은지

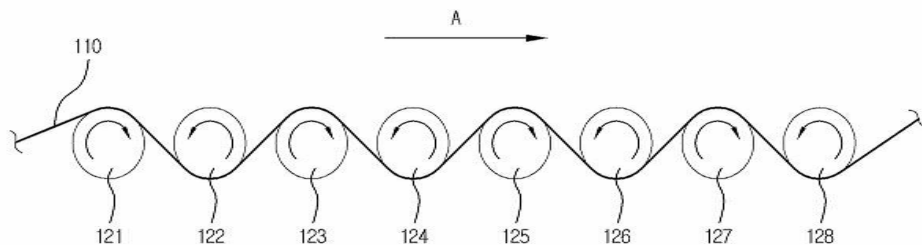
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법과 이를이용하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름 및 편광판

(57) 요약

본 발명은 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법과 이를 이용하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름 및 편광판에 관한 것이다. 본 발명의 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름은, 폴리비닐알코올 수용액을 티-다이를 통해 드럼 표면에 캐스팅한 후 열풍을 이용해 1차 건조하여 필름을 제조하고, 상기 필름을 상기 드럼 표면으로부터 박리하여 다수의 건조롤을 이용해 2차 건조하고, 열처리하는 단계를 포함하여 진행되는 것으로서, 상기 2차 건조 및 열처리 시에 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 필름이 0.01~0.4% 수축하도록 상기 건조롤의 속도를 단계적으로 감속시키는 것을 특징으로 한다. 본 발명의 폴리비닐알코올 필름의 제조방법을 이용하여 제조된 폴리비닐알코올계 필름은 폭방향 주름이 발생하지 않고, 장기 보관시 추가 수축에 의한 형태 변화가 없으며, 연신성, 팽윤성 및 염착 특성이 우수하여 염착, 연신 공정에서 보다 안정적인 작업을 가능하다 특히, 대면적 LCD용 광폭 필름에서 폭방향으로의 광학 균일성 및 균일한 연신이 가능한 장점이 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이민희

대전 유성구 하기동 송림마을 아파트 206동 801호

김봉태

대전 유성구 전민동 청구나래아파트 105-802

이충섭

충북 청주시 흥덕구 개신동 590 개신주공3단지아파트 306동1103호

오인석

대전 유성구 도룡동 LG사원 아파트 7동 207호

홍유성

대전 서구 내동 롯데아파트 107동 503호

김학성

경기 용인시 기흥구 보정동 포스홈타운아파트 301동 102호

특허청구의 범위

청구항 1

폴리비닐알코올 수용액을 티-다이를 통해 드럼 표면에 캐스팅한 후 열풍을 이용해 1차 건조하여 필름을 제조하고, 상기 필름을 상기 드럼 표면으로부터 박리하여 다수의 건조롤을 이용해 2차 건조하고, 열처리하는 단계를 포함하여 진행되는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법에 있어서,

상기 2차 건조 및 열처리 시에 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 필름이 0.01~0.4% 수축하도록 상기 건조롤의 속도를 단계적으로 감속시키는 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 2차 건조 및 열처리 시에 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 필름이 0.1~0.3% 수축하도록 상기 건조롤의 속도를 단계적으로 감속시키는 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 건조롤의 온도는 50~90℃인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 2차 건조에 이용되는 건조롤은 6개 이상인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 건조롤 각각은 독립적인 속도로 구동이 가능한 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 열처리에는 선단 롤 및 후단 롤이 이용되며,

상기 선단 롤 및 후단 롤은 각각 독립적인 속도로 구동이 가능한 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 1차 건조 후 상기 드럼 표면으로부터 박리된 필름의 잔류수분율은 10~35중량%인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 다수의 건조롤 중 최종 건조롤에서의 상기 필름의 잔류수분율은 5~15중량%인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 건조물에 걸리는 장력은 0.07N/mm 이하인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 10

제6항에 있어서,

상기 선단 롤 및 후단 롤에 걸리는 장력은 0.07N/mm 이하인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 열처리하는 공기 부유식으로 열풍 처리에 의하는 것을 특징으로 하는 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 열처리 온도는 100~180℃인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 13

제1항에 있어서,

상기 열처리 단계 후에 열처리된 필름을 권취하는 권취 단계를 더 포함하며,

상기 권취 단계에서의 권취 장력은 0.01~0.07N/mm인 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중에서 선택되는 어느 한 항에 따른 제조방법을 이용하여 제조된 폴리비닐알코올 필름.

청구항 15

제13항에 있어서,

두께가 30~120 μ m인 폴리비닐알코올 필름.

청구항 16

제14항에 따른 폴리비닐알코올 필름을 포함하여 이루어지는 편광판.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<5> 본 발명은 폴리비닐알코올 필름의 제조방법과 이를 이용하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름 및 편광판에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 편광판의 핵심 소재로서 고배율 연신이 가능하고 염착 성능이 우수한 폴리비닐알코올 필름의 제조방법과 이를 이용하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름 및 편광판에 관한 것이다.

<6> 편광판은 일반적으로 요오드 또는 이색성 염료로 염착시킴과 동시에 4배 이상 일축 연신한 폴리비닐알코올계 필름을 트리아세틸셀룰로오스(TAC) 등의 보호필름과 합지시켜 제조하며, 이때의 편광 성능은 폴리비닐알코올계 배이스 필름의 연신, 염착 특성에 전적으로 의존하게 된다.

<7> 폴리비닐알코올계 수지는 용융온도와 열분해온도 차이가 크지 않기 때문에, 폴리비닐알코올계 필름은 통상적으로 용융 가공(melt processing) 보다는 용액 가공(solution processing)방법으로 제조하며, 이 경우 용매의 건조 및 열처리 조건이 최종 필름의 물성에 큰 영향을 준다. 특히 캐스팅 드럼에서부터 최종 권취롤 간의 속도비를 용매 휘발에 따른 수축율을 고려하지 않고 작업성만을 고려하여 결정한다면, 염착, 연신 특성이 우수한 필름을 얻을 수 없다.

<8> 일본공개특허 3478533호에서는 필름의 휘발 분율이 10% 이하가 되는 시점의 공정속도와 최종 권취속도의 비를 0.9~1.1로 제한한 기술을 공개하였다. 드럼 캐스팅법으로 폴리비닐알코올계 필름을 제작할 경우 통상적으로 휘발 분율 10% 내외에서 열처리를 행하게 되는데, 열처리시 공정속도와 최종 권취속도의 비를 1 이상으로 했을 경우 상당한 장력(tension) 하에서 결정화가 진행되기 때문에 얻어지는 필름은 높은 폭방향 위상차를 가지기 쉬우며, 결과적으로 염착, 연신 공정시 염착 불량, 파단 등이 발생할 수 있다. 반면에 열처리 이후 속도비를 1 이하로 갑자기 낮출 경우, 급속한 수축으로 인한 폭방향 주름, 폭방향 위상차 불균일 등의 외관 불량이 발생하기 쉽다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<9> 본 발명은 전술한 종래기술의 문제를 해결하기 위하여 창안된 것으로서, 본발명의 목적은 폴리비닐알코올 필름의 연신성, 팽윤성 및 염착 특성을 향상시킬 수 있으며, 폭방향의 주름 발생과 장기 보관시 추가 수축에 의한 형태 변화를 방지할 수 있는 폴리비닐알코올 필름의 제조방법을 제공하는데 있다.

<10> 본 발명의 목적은 또한, 상기 본 발명의 제조방법을 이용하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름을 제공하는데 있다.

<11> 본 발명의 목적은 또한, 상기 본 발명의 폴리비닐알코올 필름을 포함하여 이루어지는 편광판을 제공하는데 있다.

발명의 구성 및 작용

<12> 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제의 달성을 위해 본 발명은, 폴리비닐알코올 수용액을 티-다이를 통해 드럼 표면에 캐스팅한 후 열풍을 이용해 1차 건조하여 필름을 제조하고, 상기 필름을 상기 드럼 표면으로부터 박리하여 다수의 건조롤을 이용해 2차 건조하고, 열처리하는 단계를 포함하여 진행되는 것으로서, 상기 2차 건조 및 열처리 시에 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 필름이 0.01~0.4% 수축하도록 상기 건조롤의 속도를 단계적으로 감속시키는 것을 특징으로 하는 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법을 제공한다.

<13> 본 발명은 또한, 상기 본 발명의 필름 제조방법에 의하여 제조되는 폴리비닐알코올 필름을 제공한다.

<14> 본 발명은 또한, 상기 본 발명의 폴리비닐알코올 필름을 포함하여 이루어지는 편광판을 제공한다.

<15> 이하, 본 발명에 대한 이해를 돕기 위해 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

<16> 본 발명의 무연신 및 무배향 폴리비닐알코올 필름의 제조방법은 (a) 캐스팅 및 1차 건조 단계; 및 (b) 2차 건조 및 열처리 단계;를 포함하여 이루어진다. 이하에서는 상기 제조방법을 각 단계별로 구체적으로 살펴보도록 한다. 상기 열처리 단계 후에는 (c) 권취 단계가 추가될 수 있으므로, 권취 단계에 대해서도 함께 살펴보도록 한다.

<17> (a) 캐스팅 및 1차 건조 단계

<18> 본 단계는 필름 형성용 수용액을 제조하고, 제조된 필름 형성용 수용액을 티-다이(T-die)로 압출하여 드럼 표면 위에 폴리비닐알코올 필름을 형성시키는 단계이다.

<19> 먼저, 필름 형성용 수용액을 제조한다. 필름 형성용 수용액은 통상적으로 알려진 방법을 이용하여 제조될 수 있으며, 그 대표적인 예를 소개하면 다음과 같다.

<20> 평균중합도가 1,700~7,000 이하, 바람직하게는 2,000~5,000이고, 감화도가 96몰% 이상, 보다 바람직하게는 99% 이상인 폴리비닐알코올을 사용하여 폴리비닐알코올의 함량이 20~40 중량%인 수용액을 제조할 수 있다.

<21> 필름 형성시 가공성 및 박리성 향상을 목적으로 가소제와 계면활성제를 첨가할 수 있다. 가소제로는 대표적으로 글리세린, 에틸렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜 또는 이들의 혼합물과 같은 다가 알코올계 화합물이 사용될 수 있으며, 폴리비닐알코올 100중량부에 대하여 5~20중량부로 사용될 수 있다. 계면활성제의 종류는 특별히 제한하지

않으나, 최종 제품의 광학특성을 저하시키지 않으며 수용액상에서 물과의 혼화성이 좋은 물질을 선택해야 하며, 폴리비닐알코올 100중량부에 대해 0.01~1중량부로 사용될 수 있다.

- <22> 본 단계에서의 수용액 제조방법은 혼합탱크를 이용하는 방법, 압출기를 이용하는 방법, 상기 두 가지 방법을 혼용하는 방법 등을 이용할 수 있으며, 미용해물이 잔존하지 않도록 90~180℃의 온도에서 충분히 용해하여 제조한다.
- <23> 다음으로, 제조된 필름 형성용 수용액을 티-다이(T-die)로 압출하여 드럼 표면 위에 캐스팅하고 1차 건조하여 폴리비닐알코올 필름을 형성한다. 캐스팅 및 1차 건조 역시 종래 통상적으로 알려진 방법들이 제한 없이 사용될 수 있으며, 그 대표적인 예를 소개하면 다음과 같다.
- <24> 필름 형성용 수용액을 80~100℃ 온도의 티-다이(T-die)를 통하여 60~110℃ 온도의 드럼 위에 캐스팅하여 필름을 형성할 수 있다. 상기 드럼에 형성된 필름을 드럼 주위의 열풍에 의해 1차 건조하며, 열풍의 온도는 60~150℃가 적당하고, 필름의 잔류 수분율이 10~35%, 바람직하게는 15~30%에 도달하도록 1차 건조를 실시할 수 있다. 잔류 수분율이 10~35%인 경우에, 필름 박리시 불균일 박리의 방지 및 박리시 필름 파단의 방지 측면에서 유리하다.
- <25> (b) 2차 건조 및 열처리 단계
- <26> 본 단계는 1차 건조 된 필름을 캐스팅 드럼에서 박리한 후 가열된 다수의 물을 거치게 하면서 2차 건조시키며, 최종 필름의 기계적 물성 확보를 위해 열처리하는 단계이다.
- <27> 캐스팅 롤에서 1차 건조된 필름은 박리되어 1번 건조롤로 이동하는데, 이때 캐스팅 롤 선속도(V_c)와 1번 건조롤의 선속도(V_{r1})의 속도비(V_{r1}/V_c)는 0.95~1.2, 보다 바람직하게는 1.0~1.1로 유지하는 것이 좋다. 속도비(V_{r1}/V_c)가 0.95 미만인 경우 필름 폭방향으로의 불균일 박리가 발생하며, 1.2를 초과한 경우 필름이 과도하게 연신되어 최종 제품의 신율 저하를 가져온다.
- <28> 2차 건조공정은 필름의 양면을 균일하게 건조시키기 위해서 다수 개의 물을 교차하면서 건조시키는 것이 바람직하다. 도 1은 건조롤을 통해 필름이 건조되는 과정을 모식적으로 나타낸 도면이다. 도 1을 참조하면, 각각의 건조롤들(120)은 도면상의 건조롤 내부에 그려진 화살표 방향으로 회전하면서 필름(110)을 화살표 A 방향으로 이동시키며, 그 과정에서 건조롤(120~128) 자체의 온도에 의해 필름(110)을 건조시키게 된다. 본 공정에서 필름 양면을 균일하게 충분히 건조시키기 위해서는 6개 이상의 건조롤(120~128)을 거치는 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 10개 이상의 건조롤(120~128)을 거치는 것이 좋다. 또한, 각각의 건조롤(120~128)은 독립적인 구동과 온도 설정이 가능하도록 구성된다. 건조롤(120~128)의 온도는 50~90℃인 것이 바람직하다. 50℃ 미만이면 건조 효과가 미비하며 경우에 따라서 결로가 발생할 우려가 있고, 90℃를 초과하면 필름(110) 표면의 결정성이 급격히 증가하여 염착성이 떨어지는 문제가 발생할 수 있다.
- <29> 본 발명은 광학 균일성이 우수하고, 균일한 연신 특성을 가지는 무연신 폴리비닐알코올 필름(110)을 제공하기 위해 각각의 건조롤(120~128)의 구동 속도를 제어하는 기술을 제공한다.
- <30> 본 발명자들은 상기 목적을 달성하기 위해 폴리비닐알코올의 수분율 변화에 따른 필름(110)의 수축을 심도 있게 연구한 결과, 도 2에 나타난 바와 같이 수분율 30% 미만의 폴리비닐알코올 필름(110)은 무장력하에서 건조시 일정한 비율로 수축함을 밝혀냈다. 즉, 건조시 필름(110)의 수축은 건조 온도와 초기 수분율에 따라 약간의 차이가 있지만, 필름(110)의 잔류수분율이 1% 감소할때 마다 0.3~0.4%의 범위 안에서 수축한다. 여기서, 수축율은 (초기 필름 길이 - 일정시간 건조 후 필름 길이) / 초기 필름 길이*100으로 계산한다.
- <31> 상기과 같은 결과를 고려할 때, 각 건조롤(120~128)의 구동 속도에 있어서, 실제 공정에서 작업성을 고려해 보면, 완전 무장력하에서 필름이 진행되는 경우 물에 대한 필름의 밀착성 불량, 주름 발생 등의 문제가 발생할 가능성이 높으므로, 약간의 장력을 가하기 위해 필름의 자연 수축율을 고려한 값보다 약간 빠르게 각각의 롤 구동 속도를 조절하는 것도 가능하다. 이때 부여된 장력에 의해 필름내 분자쇄들이 배향되지 않게 하는 것이 무배향 필름의 구현을 위해 매우 중요한데, 이를 위해 건조롤에 가해지는 장력이 0.07N/mm 이하가 되도록 구동 속도를 제어할 수 있고, 0.05N/mm 이하가 더 바람직할 수 있다.
- <32> 상기과 같은 자연 수축율뿐만 아니라 공정 작업성, 구동 장력 등을 모두 함께 고려했을 때, 각각의 건조롤의 구동속도는 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 필름이 바람직하게는 0.01~0.4%, 보다 바람직하게는 0.1~0.3% 수축하도록 조절한다.
- <33> 건조롤(120~128)의 구동 속도 및 필름(110)의 잔류수분율 사이에는 하기 수학적 1과 같이 나타낼 수 있으며, 하

기 수학식 1을 이용하여 건조물(120~128)의 구동 속도를 결정할 수 있다.

수학식 1

- <34>
$$v_1/v_0 = 1 - a * (w_0 - w_1)/100$$
- <35> 상기 수학식 1에서, v_1 은 해당 물의 선속도, v_0 는 이전 물의 선속도, w_1 은 해당 물에서의 필름 수분율, w_0 는 이전 물에서의 필름 수분율을 의미하고, a 는 수축 보정상수로서 잔류수분율 1% 감소시 필름이 진행방향으로 수축되는 실제 수축률을 나타낸다.
- <36> 상기 수학식 1에서 해당 물의 선속도 v_1 은 이전 물의 선속도 v_0 , 해당 물에서의 필름 수분율 w_1 , 이전 물에서의 필름 수분율 w_0 및 수축률 보정상수 a 를 대입하여 구할 수 있다. 여기서, 수축률 보정상수 a 는 앞서 밝힌 바와 같이 0.01~0.4가 바람직하고, 0.1~0.3이 더욱 바람직하다. 보정상수 a 가 0.01 미만일 경우 최종제품은 높은 폭방향 위상차를 가지며 결과적으로 고배율 연신이 불가능하다. 반면에 보정상수 a 가 0.4를 초과할 경우 건조물(120~128)에 필름(110)의 밀착이 불량해지면서 표면 얼룩이 생길 수 있으며, 또한 필름(110)이 계속적으로 느슨해져서 연속적인 작업이 불가능해진다.
- <37> 한편, 필름(110)의 수분율(w_0 , w_1)은 건조 물의 구동속도를 모두 동일하게 하고, 물 온도를 작업 조건에 맞게 설정한 후, 적외선방식의 수분계를 이용하거나, 각 물에서 필름(110)을 일정량 채취한 후 건조 전 무게와 건조 후 무게를 측정하여 구할 수 있다. 여기서 설비적으로 각 물(121~128)에서의 수분율을 정확히 측정하기 어려운 경우 1번 물과 최종 물(128)에서의 필름(110)의 수분율을 구해 최종 건조물(128)의 속도를 결정한 후, 1번 물(121)과 최종물(128)의 속도비에 맞춰 점차적으로 각 물(121~128)의 속도가 감속 되도록 중간물(122~127)들의 구동속도를 결정할 수도 있다.
- <38> 본 발명에서 제공하는 상기의 기술은 5m/min 이하의 저속 생산공정에서부터 10m/min이상의 고속 생산공정에 모두 쉽게 적용 가능하다. 일반적으로 동일한 설비에서 용액 압출법으로 필름(110)을 제조할 경우, 전체 라인 속도에 따라 건조 및 열처리 구간 내 필름(110)의 체류 시간이 변하면서 필름(110)의 건조율이 크게 차이가 난다. 따라서 저속에서의 공정조건과 고속에서의 공정조건을 달리하지 않으면 최종제품의 물성은 크게 변하게 된다. 본 발명에서 제공하는 상기의 기술은 생산 속도가 변경되어 각 공정에서의 건조율이 변했다 하더라도, 간단한 수분율 측정만으로 변경된 건조율에 맞게 수축율을 재조절해 줌으로서 생산속도 변화에 빠르게 대응할 수 있는 장점이 있다.
- <39> 건조물(120~128)을 통한 2차 건조시에, 최종 건조물(128)에서의 수분율은 5~15% 이내가 적당하며, 7~12%가 더욱 적당하다. 수분율이 5~15%인 경우에, 다음 공정인 열처리에서 과도한 수축에 의한 폭방향 주름 생성을 방지하고, 결정화가 과도하게 일어나 최종 제품의 염착, 연신 특성이 저하를 방지하는데 유리하다.
- <40> 2차 건조 후에는 최종 필름(110)의 수축방지 및 기계적 물성 확보를 위해 열처리 공정을 거치게 되는데, 도 3에 도시한 바와 같이, 열처리 방식은 선단 물(311)에서 후단 물(312)로 필름(110)이 부유식으로 이동하며, 상하의 열풍장치(310)를 이용한 고온의 열풍처리가 바람직하다. 열처리 온도는 100~180℃일 수 있고, 바람직하게는 110~140℃일 수 있다. 무연신 PVA 필름을 제조하기 위해서 열처리공정에서도 수축율을 고려하여 열처리기의 선단 물(311)과 후단 물(312)의 구동 속도는 독립적으로 결정될 수 있으나, 그 구성속도비는 상기 수학식 1에 따라 결정되는 것이 중요하다.
- <41> 상기 열처리 공정에서, 선단 물(311) 및 후단 물(312)에 걸리는 장력은, 상기 건조물과 마찬가지로, 0.07N/mm 이하일 수 있으며, 바람직하게는 0.05N/mm 이하일 수 있다. 열처리 후 필름의 잔류수분율은 5% 이하일 수 있고, 바람직하게는 3% 이하일 수 있다.
- <42> (c) 권취 단계
- <43> 열처리된 필름은 권취 단계를 거쳐 최종 제품으로 출하할 수 있는데, 권취 단계에서는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 알려진 통상의 기술들이 이용될 수 있다. 다만, 권취 속도는 권취시 장력에 의해 조절하는 것이 바람직하다. 권취 장력은 0.01~0.07N/mm일 수 있고, 바람직하게는 0.02~0.05N/mm일 수 있다. 권취 장력이 0.01~0.07N/mm인 경우에, 권취시 주름발생 방지와 폭방향 위치 변동으로 인한 불균일권취의 방지 및, 블로킹(blocking) 방지와 연신성 저하 방지에 유리하다.
- <44> 상기 본 발명의 제조방법을 이용하여 제조된 폴리비닐알코올 필름은 장기 보관시 추가 수축에 의한 형태 변화가 없으며, 폭방향 주름이 발생하지 않고, 연신성, 팽윤성 및 염착 특성이 우수하여 염착, 연신 공정에서 보다 안

정적인 작업을 가능하게 할 수 있다.

<45> 상기 폴리비닐알코올 필름은 대표적으로 편광판의 제조에 사용될 수 있으며, 편광판에 사용될 경우 상기 폴리비닐알코올 필름의 두께는 30~120 μ m일 수 있고, 바람직하게는 50~80 μ m일 수 있다. 두께가 30~120 μ m의 경우에, 염착, 연신 공정에서 고배율 연신시 파단의 방지 및, 필름 내부의 낮은 염착도에 따른 편광 효율의 저하 방지와 불필요한 가격 상승의 방지에 유리하다.

<46> 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술하는 실시예들에 한정되는 것으로 해석되어져서는 안된다. 본 발명의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해서 제공되어지는 것이다.

<47> 실시예 1

<48> 평균 중합도 3200, 감화도 99.9몰%의 폴리비닐알코올 100중량부 기준으로 글리세린 11중량부, 계면활성제로 폴리옥시에틸렌 에스테르계 화합물 0.1중량부를 첨가한 후, 비휘발성 성분의 농도가 28중량%가 되도록 물을 첨가하여 캐스팅 용액을 제조하였다. 캐스팅 용액은 150℃에서 7시간 동안 교반한 후, 95℃에서 충분히 기포가 제거 되도록 탈포 과정을 거친 후 95℃의 티-다이를 통해 캐스팅 드럼으로 압출하였다. 시간당 토출량은 최종 필름의 두께가 75 μ m가 되도록 조절하였다. 캐스팅 드럼의 온도는 90℃, 열풍온도는 120℃로 유지하면서 1차 건조를 실시하였다. 이때 드럼의 선속도는 3m/min 이고, 드럼에서 박리시 수분율은 약 21중량% 였다. 건조롤의 온도는 1~5번 롤은 80℃로, 나머지 건조 롤(6~11번 롤)은 70℃로 설정하였고, 최종 롤에서의 수분율은 약 9.5중량% 였다. 각 건조롤의 구동속도는 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 0.3%씩 수축하도록 수학적 1로 계산하여 결정하였다. 즉 1번 건조 롤을 제외한 나머지 10개의 건조롤은 이전 롤의 속도 대비 약 0.35%씩 감속하였다. 이때 최종 롤에서의 장력은 0.02N/mm이하였다. 열처리기는 130℃에서 실시하였고 열처리 후 필름의 수분율은 약 2.5중량%였으며, 수학적 1에서 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 0.3%씩 수축하도록 열처리 선단 롤 속도에 대해 열처리 후단 롤의 구동 속도를 2.1% 감속하였다. 이때 열처리 후단 롤에 걸리는 장력은 0.02N/mm 이하였다. 제조된 필름은 권취시 장력이 0.04N/mm이하가 되도록 구동속도를 조절하면서 권취하였다.

<49> 실시예 2

<50> 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 75 μ m 두께의 폴리비닐알코올 필름을 제조하되, 각 건조롤 및 열처리 후단롤의 구동속도를 필름의 잔류수분율이 1% 감소마다 0.2%씩 수축하도록 수학적 1로부터 계산하였다. 즉, 1번 건조 롤을 제외한 나머지 건조롤의 속도는 이전 롤 속도 대비 0.24%씩 감속시키고, 열처리 선단 롤속도에 대해 열처리 후단 롤의 구동 속도는 1.4% 감속하였다. 최종 건조롤과 열처리 후단 롤에서의 장력은 모두 0.04N/mm 이하였다.

<51> 실시예 3

<52> 평균 중합도 2,600, 감화도 99.9몰%의 폴리비닐알코올과 폴리비닐알코올 100중량부 기준으로 가소제 12중량부 및 계면활성제 0.08중량부를 포함하며, 비휘발성분의 함량이 35중량%가 되도록 캐스팅 용액을 제조한 후, 열풍 온도 110℃, 온도 90℃의 드럼 위에 캐스팅하였다. 이외의 조건은 실시예 1번과 동일하게 설정하였다. 드럼에서 박리시 필름의 수분율은 19.5%였고, 최종 건조롤 및 열처리 후단롤에서의 수분율은 각각 8.9%와 2.2%였으며, 건조롤 및 열처리 후단 롤의 구동속도는 필름의 잔류수분율이 1% 감소할 때마다 0.1%씩 수축하도록 수학적 1에 의해 결정되었다. 즉, 1번 건조 롤을 제외한 나머지 건조롤의 속도는 이전 롤 속도 대비 0.106%씩 감속시키고, 열처리 선단 롤 속도에 대해 열처리 후단 롤의 구동 속도는 0.67% 감속하였다. 최종 건조롤과 열처리 후단 롤에서의 장력은 모두 0.05N/mm 이하였다.

<53>

<54> 비교예 1

<55> 건조롤 및 열처리 후단 롤의 구동속도를 제외하고는 실시예 1과 동일하게 필름 제작을 실시하였다. 건조롤 및 열처리 후단롤의 구동속도는 수축율을 전혀 고려하지 않고 모두 동일 속도로 설정한 후 실시하였다. 여기서, 최종 건조롤과 열처리 후단 롤에서의 장력은 각각 0.18N/mm, 0.13N/mm 였다.

<56> 비교예 2

<57> 실시예 3과 동일한 방법으로 75 μ m 두께의 폴리비닐알코올 필름을 제조하되, 건조롤 및 열처리 후단 롤의 구동속도를 필름의 잔류수분율이 1% 감소마다 0.6% 수축하도록 수학적 1에 따라 계산하였다. 즉, 1번 건조 롤을 제외

한 나머지 건조물의 속도는 이전 롤 속도 대비 0.67%씩 감속시키고, 열처리 선단 롤속도에 대해 열처리 후단 롤의 구동 속도를 4.1% 감속하였다.

<58> **성능 평가**

<59> 상기 예들에 의해 제조된 필름을 5배 얹착, 연신 공정으로 처리하여 편광필름을 제조한 후, 상기 제조된 편광필름 두 장을 중첩한 상태에서 빛의 투과곡선을 측정하여, 하기의 식에 따라 편광효율을 구하였다. 측정기기로는 N&K Technology사의 N&K1280을 사용하였다.

$$\text{편광효율(\%)} = \sqrt{\frac{H_{II} - H_{\perp}}{H_{II} + H_{\perp}}} \times 100$$

<60>

<61> 상기 식에서 H_{II} 은 두 장의 편광필름을 편광축이 서로 평행하도록 중첩 시킨 상태에서 측정한 빛의 투과율이며, $H_{\perp}$ 은 편광축이 서로 직교하도록 중첩시킨 후 측정한 투과율이다.

<62> 실시예 1에 따라 제조된 폴리비닐알코올 필름은 인장신율이 435%였으며, 평균 복굴절이 0.24×10^{-3} 이었다. 또한 얹착, 연신공정에서 5배 이상의 고배율 연신이 가능하여 99.5% 이상의 높은 편광효율을 나타내었다.

<63> 실시예 2에 따라 제조된 필름은 인장신율이 420%였으며, 평균 복굴절이 0.33×10^{-3} 이었다. 또한 연신, 얹착공정에서 5배 이상의 고배율 연신이 가능하여 99.5%이상의 높은 편광효율을 나타내었다.

<64> 아울러, 실시예 3에 따라 제조된 필름은 인장신율이 412%였으며, 평균 복굴절이 0.38×10^{-3} 이었다. 또한 연신, 얹착공정에서 5배 이상의 고배율 연신이 가능하여 99.5%이상의 높은 편광효율을 보였다.

<65> 반면, 비교예 1의 방법으로 제조된 필름의 인장신율은 380%, 평균 복굴절이 1.2×10^{-3} 이었다. 또한 연신, 얹착공정에서 5배 이상의 고배율 연신시 파단이 발생하였다.

<66> 또한, 비교예 2의 경우에는, 작업 시 작업 초기부터 건조물에 필름 밀착이 불량했으며, 시간이 경과함에 따라 필름이 계속적으로 느슨해지고, 결국에는 느슨해진 필름이 롤에 끼여 말려들어가면서 더 이상의 작업이 불가능하였다

<67> 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되지 않아야 하며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.

발명의 효과

<68> 본 발명의 폴리비닐알코올 필름의 제조방법을 이용하여 제조된 폴리비닐알코올계 필름은 폭방향 주름이 발생하지 않고, 장기 보관시 추가 수축에 의한 형태 변화가 없으며, 연신성, 팽윤성 및 얹착 특성이 우수하여 얹착, 연신 공정에서 보다 안정적인 작업을 가능하게 한다. 특히, 대면적 LCD용 광폭 필름에서 폭방향으로의 광학 균일성 및 균일한 연신이 가능한 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

<1> 본 명세서에 첨부되는 다음의 도면들은 본 발명의 바람직한 실시예를 예시하는 것이며, 후술하는 발명의 상세한 설명과 함께 본 발명의 기술사상을 더욱 이해시키는 역할을 하는 것이므로, 본 발명은 그러한 도면에 기재된 사항에만 한정되어 해석되어서는 아니 된다.

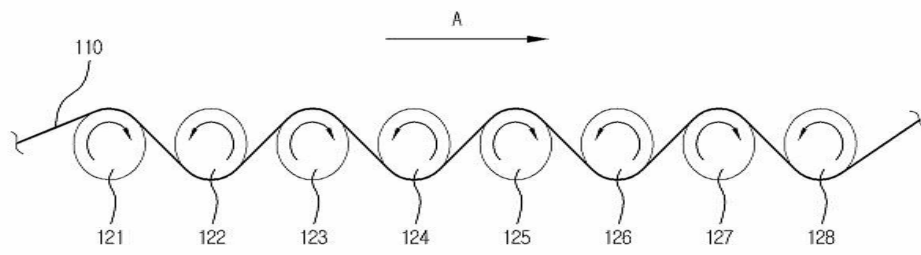
<2> 도 1은 건조물을 통해 필름이 건조되는 과정을 모식적으로 나타낸 도면이다.

<3> 도 2는 온도에 따라 폴리비닐알코올 필름의 수분율과 수축율의 관계를 도시한 그래프이다.

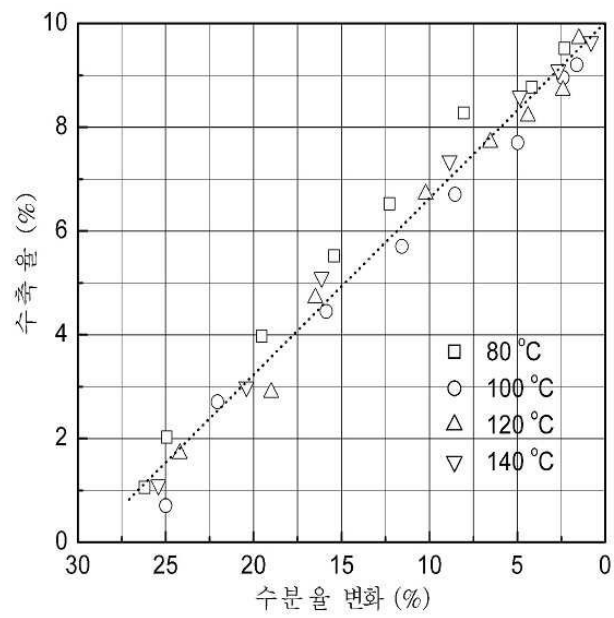
<4> 도 3은 부유식 열처리 과정을 모식적으로 나타낸 도면이다.

도면

도면1



도면2



도면3

