

(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2010-1383

(P2010-1383A)

(43) 公開日 平成22年1月7日(2010.1.7)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)		
C08J	5/18	(2006.01)	C08J	5/18	CEP	2H149
C08L	1/10	(2006.01)	C08L	1/10		4F071
C08L	33/06	(2006.01)	C08L	33/06		4J002
C08L	5/00	(2006.01)	C08L	5/00		
C08K	5/1535	(2006.01)	C08K	5/1535		
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 52 頁) 最終頁に続く						

(21) 出願番号	特願2008-161519 (P2008-161519)	(71) 出願人	303000408
(22) 出願日	平成20年6月20日 (2008.6.20)		コニカミノルタオプト株式会社
			東京都八王子市石川町2970番地
		(72) 発明者	れん 理英子
			東京都八王子市石川町2970番地コニカ
			ミノルタオプト株式会社内
		(72) 発明者	鈴木 真一郎
			東京都八王子市石川町2970番地コニカ
			ミノルタオプト株式会社内
		(72) 発明者	長谷川 光世
			東京都八王子市石川町2970番地コニカ
			ミノルタオプト株式会社内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 光学フィルム、及び偏光板

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、光学フィルムを広幅化する時に高倍率で延伸した場合のヘイズの抑制、スリット適性に優れた光学フィルムを提供することにある。また、寸法変化、反り、色ムラ発生が抑制された、正面コントラストに優れる偏光板を提供することにある。

【解決手段】少なくともセルロースエステルと、(メタ)アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも1個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が1~12個結合した化合物中のOH基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9であり、23~55%RH環境下で引張ったときの破断点伸度が、TD方向、及びMD方向が共に10%以上であり、且つ、引裂き強度が、TD方向、及びMD方向共に40mN以上であることを特徴とする光学フィルム。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくともセルロースエステルと、(メタ)アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 12 個結合した化合物中の OH 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、

前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9 であり、

23 55 % RH 環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向 (TD 方向)、及び搬送方向 (MD 方向) が共に 10 % 以上であり、

且つ、23 55 % RH 環境下での引裂き強度が、TD 方向、及び MD 方向共に 40 mN 以上であることを特徴とする光学フィルム。

10

【請求項 2】

前記光学フィルムの弾性率が TD 方向、MD 方向共に 4.0 GPa (23 55 RH % 環境で測定) 以下であり、TD 方向の弾性率 / MD 方向の弾性率 = 0.90 ~ 1.1 であることを特徴とする請求項 1 に記載の光学フィルム。

【請求項 3】

前記光学フィルムの幅が 1.6 ~ 4 m であり、且つ TD 方向または MD 方向の少なくとも一方向に 1.07 ~ 2.0 倍に延伸されていることを特徴とする請求項 2 に記載の光学フィルム。

【請求項 4】

偏光子を挟んで、下記 a)、b) を満たす光学フィルム A、B を有することを特徴とする偏光板。

20

a) 少なくともセルロースエステルと、(メタ)アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 12 個結合した化合物中の OH 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、

前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9 であり、

23 55 % RH 環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向 (TD 方向)、及び搬送方向 (MD 方向) が共に 20 % 以上であり、

且つ、23 55 % RH 環境下での引裂き強度が、TD 方向、及び MD 方向共に 40 mN 以上であることを特徴とする光学フィルム A。

30

b) 下記リターデーション $R_o = 20 \sim 100 \text{ nm}$ 、 $R_t = 70 \sim 300 \text{ nm}$ であることを特徴とする光学フィルム B。

$$R_o = (n_x - n_y) \times d$$

$$R_t = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

式中、 R_o はフィルム面内リターデーション値、 R_t はフィルム厚み方向リターデーション値、 n_x はフィルム面内の遅相軸方向の屈折率、 n_y はフィルム面内の進相軸方向の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚さ (nm) を表す。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は光学フィルム、及びそれを用いた偏光板に関し、より詳しくは、光学フィルムを広幅化する時に高倍率で延伸した場合のヘイズの抑制、スリット適性に優れた光学フィルムに関し、また該光学フィルムを用いた寸法変化、反り、色ムラ発生が抑制された、正面コントラストに優れた偏光板に関する。

【背景技術】

【0002】

昨今、自動車搭載用の液晶ディスプレイ、大型液晶テレビのディスプレイ、携帯電話、ノートパソコン等の普及から液晶表示装置 (以下、LCD とも言う) の需要が旺盛である。このような LCD には、偏光フィルムや位相差フィルムなどの種々な光学フィルムが使

50

用されている。

【0003】

LCDの需要が増加し、これに合わせ使用される偏光板についても薄膜化、軽量化、高生産化が要望されている。更に、LCDの大画面化に伴い、部材としての光学フィルムも薄膜化、高生産化に伴う広幅化が求められており、機械的強度物性を中心とする膜特性を向上する検討も進められている。

【0004】

ところが、光学フィルムの薄膜化、高生産化に伴う広幅化、高速化及び長尺巻き化に伴い、従来の製品では見られなかった故障（例えば、ヘイズ発生、スリット不良等）が顕在化するようになってきた。これらの故障は、光学フィルムの収率を低下し、偏光板加工、パネル加工時に、欠陥故障となるので避けなければならない故障である。

10

【0005】

特に、広幅化しようとして延伸倍率を上げると、スリット時に切断面が波打つ等スリット不良になる故障が発生し易いことが分かった。

【0006】

光学フィルムには、スリット性、光学フィルム同士のスベリ性付与、搬送適性、巻品質、貼り付き故障防止等の取り扱い性のために粒子、例えばシリカ等を添加することが通常行なわれる（特許文献1）。

【0007】

しかしながら、光学フィルムを前述のように広幅化しようとして延伸倍率を上げると上記粒子を添加する技術だけでは十分な効果が期待できない。

20

【0008】

一方、このような広幅化した光学フィルムを用いた偏光板は、寸法変化、反り、色ムラの発生や、正面コントラストの低下等、物性、光学特性に問題が生じることも分かった。

【0009】

従って、これらの問題に対し早急な解決が望まれている状況にある。

【特許文献1】特開2002-194106号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

従って本発明の目的は、光学フィルムを広幅化する時に高倍率で延伸した場合のヘイズの抑制、スリット適性に優れた光学フィルムを提供することにある。また、該光学フィルムを用いた寸法変化、反り、色ムラ発生が抑制された、正面コントラストに優れた偏光板を提供することにある。

30

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明の上記課題は以下の構成により達成される。

【0012】

1. 少なくともセルロースエステルと、（メタ）アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも1個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が1～12個結合した化合物中のOH基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、

40

前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9であり、

23 55%RH環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向（TD方向）、及び搬送方向（MD方向）が共に10%以上であり、

且つ、23 55%RH環境下での引裂き強度が、TD方向、及びMD方向共に40mN以上であることを特徴とする光学フィルム。

【0013】

2. 前記光学フィルムの弾性率がTD方向、MD方向共に4.0GPa（23 55RH%環境で測定）以下であり、TD方向の弾性率/MD方向の弾性率=0.90～1.1

50

であることを特徴とする前記 1 に記載の光学フィルム。

【 0 0 1 4 】

3. 前記光学フィルムの幅が 1.6 ~ 4 m であり、且つ T D 方向または M D 方向の少なくとも一方向に 1.07 ~ 2.0 倍に延伸されていることを特徴とする前記 2 に記載の光学フィルム。

【 0 0 1 5 】

4. 偏光子を挟んで、下記 a)、b) を満たす光学フィルム A、B を有することを特徴とする偏光板。

a) 少なくともセルロースエステルと、(メタ)アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 12 個結合した化合物中の O H 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、

前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9 であり、

23 55 % R H 環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向 (T D 方向)、及び搬送方向 (M D 方向) が共に 20 % 以上であり、
且つ、23 55 % R H 環境下での引裂き強度が、T D 方向、及び M D 方向共に 40 m N 以上であることを特徴とする光学フィルム A。

b) 下記リターデーション $R_o = 20 \sim 100 \text{ nm}$ 、 $R_t = 70 \sim 300 \text{ nm}$ であることを特徴とする光学フィルム B。

【 0 0 1 6 】

$$R_o = (n_x - n_y) \times d$$

$$R_t = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

式中、 R_o はフィルム面内リターデーション値、 R_t はフィルム厚み方向リターデーション値、 n_x はフィルム面内の遅相軸方向の屈折率、 n_y はフィルム面内の進相軸方向の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚さ (nm) を表す。

【発明の効果】

【 0 0 1 7 】

本発明によれば、光学フィルムを広幅化する時に高倍率で延伸した場合のヘイズの抑制、スリット適性に優れた光学フィルムを提供することができる。また、該光学フィルムを用いた寸法変化、反り、色ムラ発生が抑制された、正面コントラストに優れる偏光板を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 8 】

以下本発明を実施するための最良の形態について詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【 0 0 1 9 】

本発明の光学フィルムは、少なくともセルロースエステルと、(メタ)アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 12 個結合した化合物中の O H 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有する光学フィルムであって、

前記セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9 であり、

23 55 % R H 環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向 (T D 方向)、及び搬送方向 (M D 方向) が共に 10 % 以上であり、
且つ、23 55 % R H 環境下での引裂き強度が、T D 方向、及び M D 方向共に 40 m N 以上であることを特徴とする。

【 0 0 2 0 】

光学フィルムの幅は生産性向上の為に 1.6 m 以上の広幅化を行うと従来にない問題点が発生する。例えばヘイズ発生、スリット不良である。また、このような光学フィルムを用いて偏光板を作製すると、寸法変化、反り、色ムラが発生したり、正面コントラストが低下する等の問題が発生する。

【0021】

本発明では、これらの問題に対し鋭意検討した結果、少なくともセルロースエステルと、（メタ）アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも1個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が1～12個結合した化合物中のOH基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物とを含有し、セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9であるセルロースエステルを用い、23 55%RH環境下で引張ったときの破断点伸度が、搬送方向と直交する方向（TD方向）、及び搬送方向（MD方向）が共に10%以上であり、且つ23 55%RH環境下での引裂き強度が、TD方向、及びMD方向共に40mN以上になるように、セルロースエステルの種類、添加剤の種類と添加量、並びに延伸条件を調整することで、ヘイズの発生、スリット不良に対して効果を有し、更に寸法変化、反り、色ムラの発生を抑制し、正面コントラストの高い光学フィルム、及び偏光板が得られることを見出し本発明を成すに至った次第である。

10

【0022】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0023】

《破断点伸度、引き裂き強度》

本発明で注目した光学フィルムの破断点伸度、引き裂き強度は、フィルムの硬脆さを表す数値として捉えることができ、これを一定の範囲に制御することで、光学フィルムのスリット適性、寸法安定性、反りなどを改善できることを見出したものである。

20

【0024】

（破断点伸度）

本発明の光学フィルムは破断点伸度が、23 55%RHの条件下で、搬送方向と直交する方向（TD方向）、及び搬送方向（MD方向）が共に10%以上であり、10～80%の範囲にあることが更に好ましく、10～50%であることが特に好ましい。

【0025】

破断点伸度は、JIS K 7127に記載の方法に従い23 55%RHの環境下で測定を行う。試料幅を10mm、長さ130mmに切り出し、任意温度でチャック間距離100mmにし、引っ張り速度100mm/分で引っ張り試験を行い求める。

【0026】

破断点伸度は、例えば（株）エー・アンド・ディ テンシロン万能試験機 RTFシリーズを用いることができる。

30

【0027】

（引き裂き強度）

本発明の光学フィルムは引き裂き強度が、搬送方向と直交する方向（TD方向）、及び搬送方向（MD方向）が共に40mN以上である。好ましくは55mN以上、より好ましくは80mN以上である。

【0028】

引き裂き強度はフィルムを、温度23 相対湿度55%RHで24時間調湿した後、試料寸法試料幅50mm×64mmに切り出し、ISO 6383/2-1983に従い測定することが出来る。

40

【0029】

引き裂き強度の測定は、例えば、（株）安田精機製作所 エルメンドルフ引き裂き強度試験機を用いることができる。

【0030】

上記光学フィルムの破断点伸度、引き裂き強度は延伸を高倍率化するに従い劣化する。その理由は、延伸時に延伸応力や可塑剤との相溶性不良により発生する微小ボイドおよび、延伸応力によるセルロースや可塑剤等の分子構造が特定の方向に配向することに起因すると考えている。よって、改良手段としては、セルロースとの相溶性の良い（メタ）アクリル系共重合体、または糖エステル化合物を可塑剤として選択すること、延伸方向、延伸

50

倍率、延伸温度等によって延伸時の応力や分子配向方向を制御することが挙げられる。

【0031】

特に延伸する場合の最大応力が20MPa以下であるとフィルムがボイド発生や分子配向によるフィルム脆弱化が起こらずスリット性が良好になり好ましい。最大応力はより好ましくは10MPa以下である。

【0032】

延伸時の応力を前記範囲に低減するためには、延伸温度は140以上が好ましく、160以上がより好ましい。セルロースの平均アセチル置換度は2.95以下が好ましいが1.9未満になると却ってフィルムの脆弱化やヘイズの上昇が起こる。理由は不明だが、セルロース分子間の相互作用が弱まって逆にボイドが発生し易くなるものと推測している。

10

【0033】

延伸倍率は生産性の観点から1.07倍以上が好ましく、1.2倍以上がより好ましい。但し2.0倍を超えると脆性の劣化が起こり好ましくない。

【0034】

更には分子の一定方向への配列を抑制する為に、2方向以上に延伸することも好ましい。

【0035】

延伸時の最大応力は、例えば、フィルムを把持するテンターのクリップ部分にロードセルを取り付ける等の方法で測定することが出来る。

20

【0036】

延伸時の応力絶対値は荷重測定と延伸時のフィルム厚み、クリップ間距離から算出することができる。延伸時の最大荷重をフィルム厚み及びクリップ間距離で除した値を延伸時の最大応力絶対値とし、MPa単位で表す。

【0037】

《(メタ)アクリル系共重合体》

本発明の光学フィルムに含有する(メタ)アクリル系共重合体(以降、アクリルポリマーともいう)は、延伸時のヘイズの上昇やスリット不良、並びに寸法変化、反りの抑制に効果を発揮する為に、重量平均分子量が500以上30000以下であるアクリルポリマーを含有することが好ましく、中でも分子内に芳香環と親水性基を有しないエチレン性不飽和モノマーXaと分子内に芳香環を有せず親水性基を有するエチレン性不飽和モノマーXbとを共重合して得られた重量平均分子量5000以上30000以下のポリマーX、より好ましくは、分子内に芳香環と親水性基を有しないエチレン性不飽和モノマーXaと分子内に芳香環を有せず親水性基を有するエチレン性不飽和モノマーXbとを共重合して得られた重量平均分子量5000以上30000以下のポリマーXと、芳香環を有さないエチレン性不飽和モノマーYaを重合して得られた重量平均分子量500以上3000以下のポリマーYとを含有することが好ましい。

30

【0038】

ポリマーX、ポリマーY

本発明のポリマーXは分子内に芳香環と親水性基を有しないエチレン性不飽和モノマーXaと分子内に芳香環を有せず、親水性基を有するエチレン性不飽和モノマーXbとを共重合して得られた重量平均分子量5000以上30000以下のポリマーである。

40

【0039】

好ましくは、Xaは分子内に芳香環と親水性基を有しないアクリルまたはメタクリルモノマー、Xbは分子内に芳香環を有せず親水性基を有するアクリルまたはメタクリルモノマーである。

【0040】

本発明のポリマーXは、下記一般式(X)で表される。

【0041】

一般式(X)

50

- (X a) m - (X b) n - (X c) p -

更に好ましくは、下記一般式 (X - 1) で表されるポリマーである。

【0042】

一般式 (X - 1)

- [CH₂ - C(-R₁)(-CO₂R₂)]_m - [CH₂ - C(-R₃)(-CO₂R₄-OH)]_n - [Xc]_p -

(式中、R₁、R₃は、HまたはCH₃を表す。R₂は炭素数1～12のアルキル基、シクロアルキル基を表す。R₄は-CH₂-、-C₂H₄-または-C₃H₆-を表す。Xcは、Xa、Xbに重合可能なモノマー単位を表す。m、n及びpは、モル組成比を表す。ただしm≠0、n≠0、m+n+p=100である。)

10

本発明のポリマーXを構成するモノマー単位としてのモノマーを下記に挙げるがこれに限定されない。

【0043】

Xにおいて、親水性基とは、水酸基、エチレンオキシド連鎖を有する基をいう。

【0044】

分子内に芳香環と親水性基を有しないエチレン性不飽和モノマーXaは、例えば、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル(i-、n-)、アクリル酸ブチル(n-、i-、s-、t-)、アクリル酸ペンチル(n-、i-、s-)、アクリル酸ヘキシル(n-、i-)、アクリル酸ヘプチル(n-、i-)、アクリル酸オクチル(n-、i-)、アクリル酸ノニル(n-、i-)、アクリル酸ミリスチル(n-、i-)、アクリル酸(2-エチルヘキシル)、アクリル酸(ε-カプロラク톤)、アクリル酸(2-ヒドロキシエチル)、アクリル酸(2-エトキシエチル)等、または上記アクリル酸エステルをメタクリル酸エステルに変えたものを挙げるができる。中でも、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル(i-、n-)であることが好ましい。

20

【0045】

分子内に芳香環を有せず、親水性基を有するエチレン性不飽和モノマーXbは、水酸基を有するモノマー単位として、アクリル酸またはメタクリル酸エステルが好ましく、例えば、アクリル酸(2-ヒドロキシエチル)、アクリル酸(2-ヒドロキシプロピル)、アクリル酸(3-ヒドロキシプロピル)、アクリル酸(4-ヒドロキシブチル)、アクリル酸(2-ヒドロキシブチル)、またはこれらアクリル酸をメタクリル酸に置き換えたものを挙げることができ、好ましくは、アクリル酸(2-ヒドロキシエチル)及びメタクリル酸(2-ヒドロキシエチル)、アクリル酸(2-ヒドロキシプロピル)、アクリル酸(3-ヒドロキシプロピル)である。

30

【0046】

Xcとしては、Xa、Xb以外のものでかつ共重合可能なエチレン性不飽和モノマーであれば、特に制限はないが、芳香環を有していないものが好ましい。

【0047】

Xa、Xb及びXcのモル組成比m:nは99:1～65:35の範囲が好ましく、更に好ましくは95:5～75:25の範囲である。Xcのpは0～10である。Xcは複数のモノマー単位であってもよい。

40

【0048】

Xaのモル組成比が多いとセルロースエステルとの相溶性が良化するがフィルム厚み方向のリターデーション値R_tが大きくなる。Xbのモル組成比が多いと上記相溶性が悪くなるが、R_tを低減させる効果が高い。また、Xbのモル組成比が上記範囲を超えると製膜時にヘイズが出る傾向があり、これらの最適化を図りXa、Xbのモル組成比を決めることが好ましい。

【0049】

ポリマーXの分子量は重量平均分子量が5000以上30000以下であり、更に好ましくは8000以上25000以下である。

50

【 0 0 5 0 】

重量平均分子量を 5 0 0 0 以上とすることにより、光学フィルムとして高温高湿下における寸法変化が少ない、偏光板の保護フィルムとして用いた場合に反りが少ない等の利点
 が得られ好ましい。重量平均分子量が 3 0 0 0 0 を以内とした場合は、セルロースエステルとの相溶性がより向上し、高温高湿下においてブリードアウト、更に延伸時におけるヘイズの発生が抑制される。

【 0 0 5 1 】

本発明のポリマー X の重量平均分子量は、公知の分子量調節方法で調整することができる。そのような分子量調節方法としては、例えば四塩化炭素、ラウリルメルカプタン、チ
 オグリコール酸オクチル等の連鎖移動剤を添加する方法等が挙げられる。また、重合温度
 は通常室温から 1 3 0 、好ましくは 5 0 から 1 0 0 で行われるが、この温度または
 重合反応時間を調整することで可能である。

10

【 0 0 5 2 】

重量平均分子量の測定方法は下記方法によることができる。

【 0 0 5 3 】

(重量平均分子量測定方法)

重量平均分子量 M w は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーを用いて測定した。

【 0 0 5 4 】

測定条件は以下の通りである。

【 0 0 5 5 】

20

溶媒： メチレンクロライド

カラム： S h o d e x K 8 0 6 、 K 8 0 5 、 K 8 0 3 G (昭和電工 (株) 製を 3
 本接続して使用した)

カラム温度： 2 5

試料濃度： 0 . 1 質量 %

検出器： R I M o d e l 5 0 4 (G L サイエンス社製)

ポンプ： L 6 0 0 0 (日立製作所 (株) 製)

流量： 1 . 0 m l / m i n

校正曲線： 標準ポリスチレン S T K s t a n d a r d ポリスチレン (東ソー (株) 製) M w = 1 0 0 0 0 0 0 ~ 5 0 0 迄の 1 3 サンプルによる校正曲線を使用した。 1 3
 サンプルは、ほぼ等間隔に用いる。

30

【 0 0 5 6 】

本発明のポリマー Y は芳香環を有さないエチレン性不飽和モノマー Y a を重合して得ら
 れた重量平均分子量 5 0 0 以上 3 0 0 0 以下のポリマーである。重量平均分子量 5 0 0 以
 上ではポリマーの残存モノマーが減少し好ましい。また、 3 0 0 0 以下とすることは、リ
 ターデーション値 R t 低下性能を維持するために好ましい。 Y a は、好ましくは芳香環を
 有さないアクリルまたはメタクリルモノマーである。

【 0 0 5 7 】

本発明のポリマー Y は、下記一般式 (Y) で表される。

【 0 0 5 8 】

40

一般式 (Y)

- (Y a) k - (Y b) q -

更に好ましくは、下記一般式 (Y - 1) で表されるポリマーである。

【 0 0 5 9 】

一般式 (Y - 1)

- [C H ₂ - C (- R ₅) (- C O ₂ R ₆)] k - [Y b] q -

(式中、 R ₅ は、 H または C H ₃ を表す。 R ₆ は炭素数 1 ~ 1 2 のアルキル基またはシク
 ロアルキル基を表す。 Y b は、 Y a と共重合可能なモノマー単位を表す。 k 及び q は、モ
 ル組成比を表す。ただし k ≠ 0 、 k + q = 1 0 0 である。)

Y b は、 Y a と共重合可能なエチレン性不飽和モノマーであれば特に制限はない。 Y b

50

は複数であってもよい。 $k + q = 100$ 、 q は好ましくは $0 \sim 30$ である。

【0060】

芳香環を有さないエチレン性不飽和モノマーを重合して得られるポリマーYを構成するエチレン性不飽和モノマーYaはアクリル酸エステルとして、例えば、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル(i-、n-)、アクリル酸ブチル(n-、i-、s-、t-)、アクリル酸ペンチル(n-、i-、s-)、アクリル酸ヘキシル(n-、i-)、アクリル酸ヘプチル(n-、i-)、アクリル酸オクチル(n-、i-)、アクリル酸ノニル(n-、i-)、アクリル酸ミリスチル(n-、i-)、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸(2-エチルヘキシル)、アクリル酸(ϵ -カプロラクトン)、アクリル酸(2-ヒドロキシエチル)、アクリル酸(2-ヒドロキシプロピル)、アクリル酸(3-ヒドロキシプロピル)、アクリル酸(4-ヒドロキシブチル)、アクリル酸(2-ヒドロキシブチル)、メタクリル酸エステルとして、上記アクリル酸エステルをメタクリル酸エステルに変えたもの；不飽和酸として、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、無水マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸等を挙げることができる。

10

【0061】

Ybは、Yaと共重合可能なエチレン性不飽和モノマーであれば特に制限はないが、ビニルエステルとして、例えば、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、吉草酸ビニル、ピバリン酸ビニル、カブロン酸ビニル、カプリン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ミリスチン酸ビニル、パルミチン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、シクロヘキサノカルボン酸ビニル、オクチル酸ビニル、メタクリル酸ビニル、クロトン酸ビニル、ソルビン酸ビニル、桂皮酸ビニル等が好ましい。Ybは複数であってもよい。

20

【0062】

ポリマーX、Yを合成するには、通常のコモonomer重合では分子量のコントロールが難しく、分子量を余り大きくしない方法でできるだけ分子量を揃えることのできる方法を用いることが望ましい。かかる重合方法としては、クメンペルオキシドやt-ブチルヒドロペルオキシドのような過酸化物重合開始剤を使用する方法、重合開始剤を通常のコモonomer重合より多量に使用する方法、重合開始剤の他にメルカプト化合物や四塩化炭素等の連鎖移動剤を使用する方法、重合開始剤の他にベンゾキノンやジニトロベンゼンのような重合停止剤を使用する方法、更に特開2000-128911号または同2000-344823号公報にあるような一つのチオール基と2級の水酸基とを有する化合物、或いは、該化合物と有機金属化合物を併用した重合触媒を用いて塊状重合する方法等を挙げることができる。何れも本発明において好ましく用いられるが、特に、ポリマーYは、分子中にチオール基と2級の水酸基とを有する化合物を連鎖移動剤として使用する重合方法が好ましい。この場合、ポリマーYの末端には、重合触媒及び連鎖移動剤に起因する水酸基、チオエーテルを有することとなる。この末端残基により、Yとセルロースエステルとの相溶性を調整することができる。

30

【0063】

ポリマーX及びYの水酸基価は $30 \sim 150$ [mg KOH / g] であることが好ましい。

【0064】

40

(水酸基価の測定方法)

この測定は、JIS K 0070 (1992) に準ずる。この水酸基価は、試料1gをアセチル化させたとき、水酸基と結合した酢酸を中和するのに必要とする水酸化カリウムのmg数と定義される。具体的には試料Xg (約1g) をフラスコに精秤し、これにアセチル化試薬 (無水酢酸20mlにピリジンを加えて400mlにしたもの) 20mlを正確に加える。フラスコの口に空気冷却管を装着し、95～100℃のグリセリン浴にて加熱する。1時間30分後、冷却し、空気冷却管から精製水1mlを加え、無水酢酸を酢酸に分解する。次に電位差滴定装置を用いて0.5mol/L水酸化カリウムエタノール溶液で滴定を行い、得られた滴定曲線の変曲点を終点とする。更に空試験として、試料を入れないで滴定し、滴定曲線の変曲点を求める。水酸基価は、次の式によって算出する。

50

【 0 0 6 5 】

水酸基価 = { (B - C) × f × 2 8 . 0 5 / X } + D

(式中、B は空試験に用いた 0 . 5 m o l / L の水酸化カリウムエタノール溶液の量 (m l) 、C は滴定に用いた 0 . 5 m o l / L の水酸化カリウムエタノール溶液の量 (m l) 、f は 0 . 5 m o l / L 水酸化カリウムエタノール溶液のファクター、D は酸価、また、2 8 . 0 5 は水酸化カリウムの 1 m o l 量 5 6 . 1 1 の 1 / 2 を表す)

上述のポリマー X、ポリマー Y は何れもセルロースエステルとの相溶性に優れ、蒸発や揮発もなく生産性に優れ、偏光板用保護フィルムとしての保留性がよく、透湿度が小さく、寸法安定性に優れている。

【 0 0 6 6 】

ポリマー X とポリマー Y のセルロースエステルフィルム中での含有量は、下記式 (i) 、式 (ii) を満足する範囲であることが好ましい。ポリマー X の含有量を X g (質量 % = ポリマー X の質量 / セルロースエステルの質量 × 1 0 0) 、ポリマー Y の含有量を Y g (質量 %) とすると、

式 (i) 5 X g + Y g 3 5 (質量 %)

式 (ii) 0 . 0 5 Y g / (X g + Y g) 0 . 4

式 (i) の好ましい範囲は、1 0 ~ 2 5 質量 % である。

【 0 0 6 7 】

ポリマー X とポリマー Y は総量として 5 質量 % 以上であれば、リターデーション値 R t の低減に十分な作用をする。また、総量として 3 5 質量 % 以下であれば、ポリビニルアルコール系の偏光子との接着性が良好である。

【 0 0 6 8 】

ポリマー X とポリマー Y は後述するドープ液を構成する素材として直接添加、溶解するか、もしくはセルロースエステルを溶解する有機溶媒に予め溶解した後ドープ液に添加することができる。

【 0 0 6 9 】

《フラノース構造もしくはピラノース構造を有する化合物》

本発明の光学フィルムは、フラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 1 2 個結合した化合物中の O H 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物を含むが、好ましい「フラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し、該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 1 2 個結合した化合物」の例としては、例えば以下のようなものを挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【 0 0 7 0 】

グルコース、ガラクトース、マンノース、フルクトース、キシロース、アラビノース、ラクトース、スクロース、セロビオース、セロトリオース、マルトトリオース、ラフィノースなどが挙げられるが、特にフラノース構造とピラノース構造を両方有するものが好ましい。例としてはスクロースが挙げられる。

【 0 0 7 1 】

本発明の「フラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも 1 個有し、該フラノース構造もしくはピラノース構造が 1 ~ 1 2 個結合した化合物中の O H 基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物」を合成する際に用いられるモノカルボン酸としては、特に制限はなく、公知の脂肪族モノカルボン酸、脂環族モノカルボン酸、芳香族モノカルボン酸等を用いてエステル化し、本発明に用いられる糖エステル化合物を合成することができる。用いられるカルボン酸は 1 種類でもよいし、2 種以上の混合であってもよい。

【 0 0 7 2 】

好ましい脂肪族モノカルボン酸としては、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、吉草酸、カプロン酸、エナント酸、カプリル酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、2 - エチル - ヘキサンカルボン酸、ウンデシル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、ペンタデ

10

20

30

40

50

シル酸、パルミチン酸、ヘプタデシル酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、ヘプタコサン酸、モンタン酸、メリシン酸、ラクセル酸等の飽和脂肪酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、ソルビン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、オクテン酸等の不飽和脂肪酸等を挙げることができる。

【 0 0 7 3 】

好ましい脂環族モノカルボン酸の例としては、シクロペンタンカルボン酸、シクロヘキサンカルボン酸、シクロオクタンカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができる。

【 0 0 7 4 】

好ましい芳香族モノカルボン酸の例としては、安息香酸、トルイル酸等の安息香酸のベンゼン環に 1 ~ 5 個のアルキル基もしくはアルコキシ基等の置換基を導入した芳香族モノカルボン酸、ケイ皮酸、ベンジル酸、ビフェニルカルボン酸、ナフタリンカルボン酸、テトラリンカルボン酸等のベンゼン環を 2 個以上有する芳香族モノカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができるが、特に安息香酸が好ましい。

10

【 0 0 7 5 】

これらの化合物の製造方法の詳細は、特開昭 6 2 - 4 2 9 9 6 号公報及び特開平 1 0 - 2 3 7 0 8 4 号公報に記載されている。

【 0 0 7 6 】

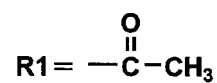
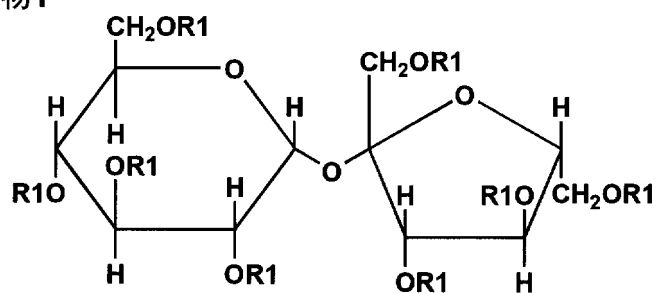
以下に、具体例を挙げるが、本発明はこれに限定されるものではない。

【 0 0 7 7 】

20

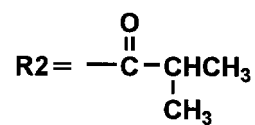
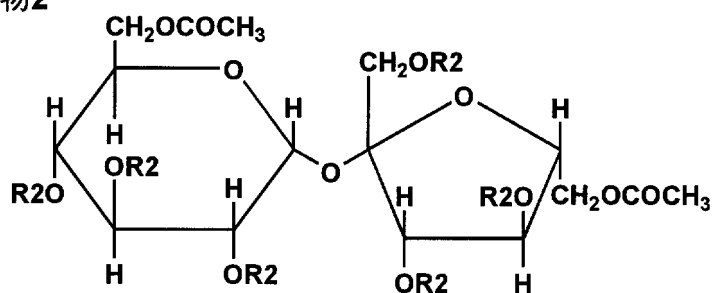
【化 1】

化合物1



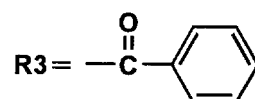
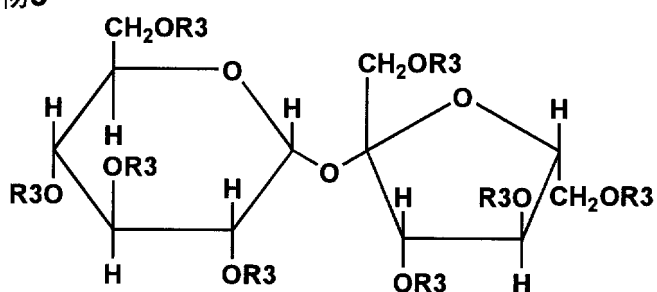
10

化合物2



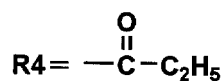
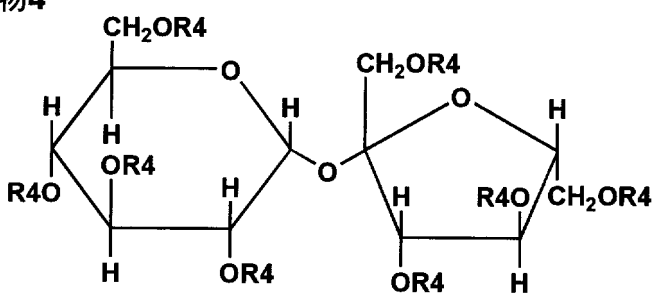
20

化合物3



30

化合物4

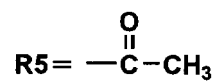
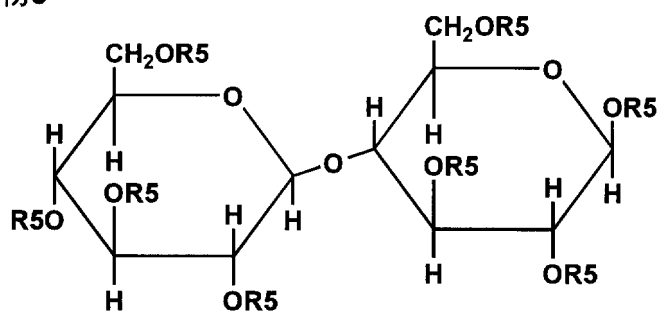


40

【 0 0 7 8 】

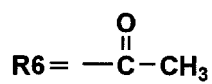
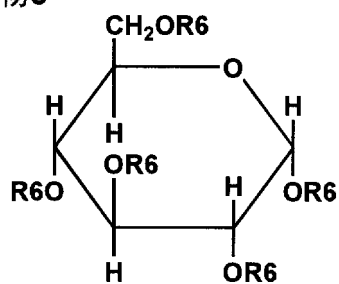
【化 2】

化合物5



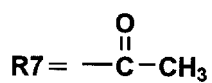
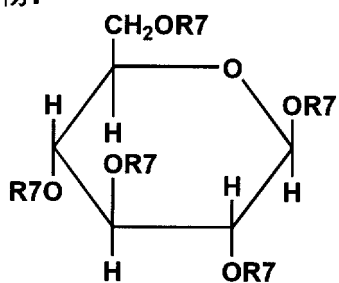
10

化合物6



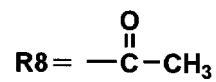
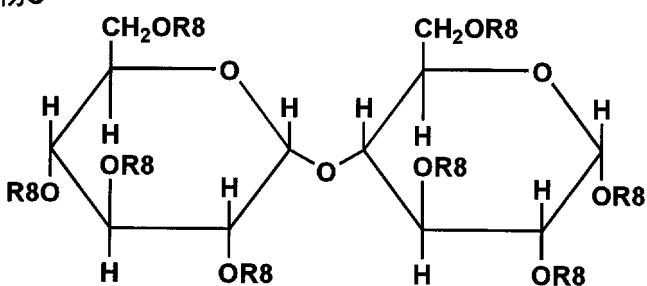
20

化合物7



30

化合物8

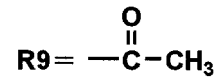
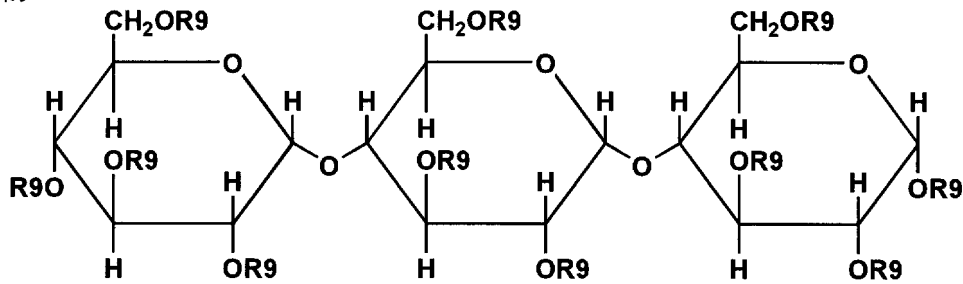


40

【 0 0 7 9 】

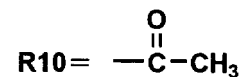
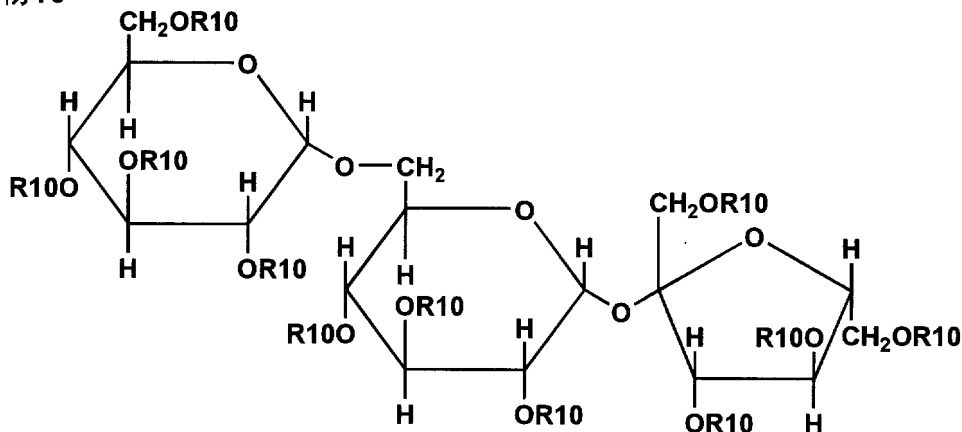
【化 3】

化合物9



10

化合物10



20

30

【0080】

本発明の光学フィルムは、延伸時のヘイズの発生を抑制する為に、前記フラノース構造もしくはピラノース構造を少なくとも1個有し、該フラノース構造もしくはピラノース構造が1～12個結合した化合物のOH基のすべてもしくは一部をエステル化した糖エステル化合物を、光学フィルム中に1～35質量%、特に5～30質量%含むことが好ましい。この範囲内であれば、本発明の優れた効果を呈すると共に、原反保管中におけるブリードアウトなどもなく好ましい。

【0081】

40

《セルロースエステル》

本発明の光学フィルムに用いるセルロースエステルは、セルロースエステル全体の平均アセチル基置換度 1.9である。好ましくは後述する式(1)～(3)の関係を満たす総アシル基置換度を有するセルロースエステルである場合、前記延伸時の最大応力を低下することにも寄与し本発明の効果をすることができる。一方、1.9未満ではセルロースエステルが軟化し過ぎて溶剤や添加剤が揮発する際に表面が荒れるため好ましくない。

【0082】

セルロースエステルのアシル基の置換度の測定方法はASTM-D817-96に準じて測定することができる。

【0083】

50

本発明に用いるセルロースエステルは上記アセチル基置換度を満足すれば、特に限定はないが、セルロースエステルとしては炭素数 2 ~ 22 程度のカルボン酸エステルであり、芳香族カルボン酸のエステルでもよく、特にセルロースの低級脂肪酸エステルであることが好ましい。セルロースの低級脂肪酸エステルにおける低級脂肪酸とは炭素原子数が 6 以下の脂肪酸を意味している。水酸基に結合するアシル基は、直鎖であっても分岐してもよく、また環を形成してもよい。更に別の置換基が置換してもよい。同じ置換度である場合、前記炭素数が多いと複屈折性が低下するため、炭素数としては炭素数 2 ~ 6 のアシル基の中で選択することが好ましい。前記セルロースエステルとしての炭素数が 2 ~ 4 であることが好ましく、炭素数が 2 ~ 3 であることがより好ましい。

【0084】

10

前記セルロースエステルは、混合酸由来のアシル基を用いることもでき、特に好ましくは炭素数が 2 と 3、或いは炭素数が 2 と 4 のアシル基を用いることができる。本発明ではセルロースエステルとして、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、またはセルロースアセテートプロピオネートブチレートのようなアセチル基の他にプロピオネート基またはブチレート基が結合したセルロースの混合脂肪酸エステルを用いることができる。尚、ブチレートを形成するブチリル基としては、直鎖状でも分岐していてもよい。本発明において好ましく用いられるセルロースエステルとしては、特にセルロースアセテート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートフタレートが好ましく用いられる。

【0085】

20

本発明に好ましいセルロースエステルとしては、下記式 (1) ~ (3) を同時に満足するものが好ましい。

【0086】

$$\text{式 (1)} \quad 2.0 \leq X + Y \leq 3.0$$

$$\text{式 (2)} \quad 1.9 \leq X \leq 3.0$$

$$\text{式 (3)} \quad 0 \leq Y \leq 1.1$$

式中、X はアセチル基の置換度、Y はプロピオニル基またはブチリル基の置換度であり、X + Y は総アシル基の置換度である。

【0087】

この中で特にトリアセチルセルロース、セルロースアセテートプロピオネートが好ましく用いられる。セルロースアセテートプロピオネートの場合は、 $1.9 \leq X \leq 2.5$ であり、 $0 \leq Y \leq 1.0$ であることが好ましい。

30

【0088】

前記アセチル基の置換度が低過ぎると、セルロース樹脂の骨格を構成するピラノース環の水酸基に対して未反応部分が多くなり、該水酸基が多く残存することにより、寸法変化、反りの発生、且つスリット不良等、バインダーとしての物性が低下して発生する問題が顕著になる。

【0089】

本発明の光学フィルムは、重量平均分子量 (Mw) が $Mw \geq 260000$ であって、且つ Mw が 10000 以上異なる 2 種以上のセルロースエステルを含有することが好ましい。

40

【0090】

セルロースエステルの分子量は小さい方が延伸時のヘイズの上昇は少ないが、流延時のベルトからの剥離性が劣化し易い。分子量の異なる 2 種以上のセルロースエステルを混合することで、剥離性が改善されると同時に、アクリル系共重合体、またはフラノース構造もしくはピラノース構造を有する糖エステル化合物とセルロースエステルとの相溶性も改善できる為、ヘイズの上昇抑制や寸法安定性を高める効果もある。

【0091】

重量平均分子量 (Mw) は $260000 \sim 500000$ の範囲が好ましく、より好ましくは $290000 \sim 400000$ の範囲である。2 種以上のセルロースエステルの Mw の

50

差は10000以上、100000以下であることが好ましく、20000以上、50000以下であることが好ましい。

【0092】

分子量の小さいセルロースエステルと分子量の大きいセルロースエステルの混合比は、99：1～1：99の範囲でとり得るが、好ましくは90：10～50：50、より好ましくは90：10～60：40、特に好ましくは85：15～60：40の範囲である。

【0093】

セルロースエステルの重量平均分子量(M_w)は下記のように測定できる。

【0094】

高速液体クロマトグラフィーにより下記条件で測定する。

10

【0095】

溶媒：アセトン

カラム：MPW×1（東ソー（株）製）

試料濃度：0.2（質量/容量）%

流量：1.0ml/分

試料注入量：300μl

標準試料：標準ポリスチレン

温度：23

本発明に用いられるセルロースエステルの原料のセルロースとしては、特に限定はないが、木材パルプ（針葉樹パルプ、広葉樹パルプ）や綿花リンターなどが使用できる。セルロースの種類や複数の原料セルロースの使用により、セルロースエステルのM_wを制御できる。例えば、広葉樹前加水分解クラフトパルプを用いてエステル化すると、セルロースエステルのM_wが大きくなり、針葉樹サルファイトパルプを用いると、M_wが小さくなり易い。そのため、セルロースは単独で又は二種以上組み合わせてもよく、例えば、針葉樹パルプと、綿花リンター又は広葉樹パルプとを併用してもよい。セルロースとしては、通常、パルプ（特に針葉樹パルプ）を用いる場合が多い。なお、セルロースのα-セルロース含有量（質量%）は、通常、94～99（例えば、95～99）、好ましくは96～98.5（例えば、97.3～98）程度であってもよい。

20

【0096】

本発明に係わるセルロースエステルは、セルロース原料のアシル化剤が酸無水物（無水酢酸、無水プロピオン酸、無水酪酸）である場合には、酢酸のような有機酸やメチレンクロライド等の有機溶媒を用い、硫酸のようなプロトン性触媒を用いて反応が行われる。アシル化剤が酸クロライド（CH₃COCl、C₂H₅COCl、C₃H₇COCl）の場合には、触媒としてアミンのような塩基性化合物を用いて反応が行われる。具体的には特開平10-45804号に記載の方法を参考にして合成することができる。

30

【0097】

本発明で用いられるセルロースエステルのグルコース単位の6位のアシル基の平均置換度が0.5～0.9であることが好ましい。

【0098】

セルロースエステルを構成するグルコース単位の6位には、2位及び3位と異なり、反応性の高い一級ヒドロキシル基が存在し、この一級ヒドロキシル基は、硫酸を触媒とするセルロースエステルの製造過程で硫酸エステルを優先的に形成する。そのため、セルロースのエスチル化反応において、触媒硫酸量を増加させることにより、通常のセルロースエステルに比べて、グルコース単位の6位よりも2位及び3位の平均置換度を高めることができる。更に、必要に応じて、セルロースをトリチル化すると、グルコース単位の6位のヒドロキシル基を選択的に保護できるため、トリチル化により6位のヒドロキシル基を保護し、エステル化した後、トリチル基（保護基）を脱離することにより、グルコース単位の6位よりも2位及び3位の平均置換度を高めることができる。具体的には、特開2005-281645号記載の方法で製造されたセルロースエステルも好ましく用いることができる。

40

50

【 0 0 9 9 】

アセチルセルロースの場合、酢化率を上げようとするれば、酢化反応の時間を延長する必要がある。但し、反応時間を余り長くとると分解が同時に進行し、ポリマー鎖の切断やアセチル基の分解などが起こり、好ましくない結果をもたらす。従って、酢化度を上げ、分解をある程度抑えるためには反応時間はある範囲に設定することが必要である。反応時間で規定することは反応条件が様々であり、反応装置や設備その他の条件で大きく変わるので適切でない。ポリマーの分解は進むにつれ、分子量分布が広がってゆくの、セルロースエステルの場合にも、分解の度合いは通常用いられる重量平均分子量 (M_w) / 数平均分子量 (M_n) の値で規定できる。即ちセルローストリアセテートの酢化の過程で、余り長過ぎて分解が進み過ぎることがなく、且つ酢化には十分な時間酢化反応を行わせしめるための反応度合いの一つの指標として用いられる重量平均分子量 (M_w) / 数平均分子量 (M_n) の値を用いることができる。

10

【 0 1 0 0 】

セルロースエステルの製造法の一例を以下に示すと、セルロース原料として綿化リンター 100 質量部を解砕し、40 質量部の酢酸を添加し、36 で 20 分間前処理活性化をした。その後、硫酸 8 質量部、無水酢酸 260 質量部、酢酸 350 質量部を添加し、36 で 120 分間エステル化を行った。24% 酢酸マグネシウム水溶液 11 質量部で中和した後、63 で 35 分間ケン化熟成し、アセチルセルロースを得た。これを 10 倍の酢酸水溶液 (酢酸 : 水 = 1 : 1 (質量比)) を用いて、室温で 160 分間攪拌した後、濾過、乾燥させてアセチル置換度 2.75 の精製アセチルセルロースを得た。このアセチルセルロースは M_n が 92000、 M_w が 156000、 M_w / M_n は 1.7 であった。同様にセルロースエステルのエステル化条件 (温度、時間、攪拌)、加水分解条件を調整することによって置換度、 M_w / M_n 比の異なるセルロースエステルを合成することができる。セルロースエステルの M_w / M_n 比は 1.4 ~ 5.0 が好ましく用いられる。

20

【 0 1 0 1 】

尚、合成されたセルロースエステルは、精製して低分子量成分を除去したり、未酢化または低酢化度の成分を濾過で取り除くことも好ましく行われる。

【 0 1 0 2 】

また、混酸セルロースエステルの場合には、特開平 10 - 45804 号公報に記載の方法で得ることができる。

30

【 0 1 0 3 】

また、セルロースエステルは、セルロースエステル中の微量金属成分によっても影響を受ける。これらは製造工程で使われる水に関係していると考えられるが、不溶性の核となり得るような成分は少ない方が好ましく、鉄、カルシウム、マグネシウム等の金属イオンは、有機の酸性基を含んでいる可能性のあるポリマー分解物等と塩形成することにより不溶物を形成する場合があります、少ないことが好ましい。鉄 (Fe) 成分については、1 ppm 以下であることが好ましい。カルシウム (Ca) 成分については、カルボン酸や、スルホン酸等の酸性成分と、また多くの配位子と配位化合物即ち、錯体を形成しやすく、多くの不溶なカルシウムに由来するスカム (不溶性の澱、濁り) を形成する。

40

【 0 1 0 4 】

カルシウム (Ca) 成分は 60 ppm 以下、好ましくは 0 ~ 30 ppm である。マグネシウム (Mg) 成分については、やはり多過ぎると不溶分を生ずるため、0 ~ 70 ppm であることが好ましく、特に 0 ~ 20 ppm であることが好ましい。鉄 (Fe) 分の含量、カルシウム (Ca) 分含量、マグネシウム (Mg) 分含量等の金属成分は、絶乾したセルロースエステルをマイクロダイジェスト湿式分解装置 (硫酸分解)、アルカリ溶融で前処理を行った後、ICP - AES (誘導結合プラズマ発光分光分析装置) を用いて分析することができる。

【 0 1 0 5 】

(可塑剤)

本発明の光学フィルムは、本発明の効果をj得る上で必要に応じて適量の可塑剤を含有す

50

ることができる。可塑剤は特に限定されないが、好ましくは、多価カルボン酸エステル系可塑剤、グリコレート系可塑剤、フタル酸エステル系可塑剤、脂肪酸エステル系可塑剤及び多価アルコールエステル系可塑剤、ポリエステル系可塑剤、アクリル系可塑剤等から選択される。そのうち、可塑剤を2種以上用いる場合は、少なくとも1種は多価アルコールエステル系可塑剤であることが好ましい。

【0106】

多価アルコールエステルは2価以上の脂肪族多価アルコールとモノカルボン酸のエステルよりなり、分子内に芳香環またはシクロアルキル環を有することが好ましい。

【0107】

用いられる多価アルコールは次の一般式(1)で表される。

10

【0108】

一般式(1) $R_1 - (OH)_n$

(式中、 R_1 は n 価の有機基、 n は2以上の正の整数を表す)

好ましい多価アルコールの例としては、例えば以下のようなものを挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。アドニトール、アラビトール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラ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、ジブチレングリコール、トリブチレングリコール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、ジブチレングリコール、1,2,4-ブタントリオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ヘキサントリオール、ガラクトール、マンニトール、3-メチルペンタン-1,3,5-トリオール、ピナコール、ソルビトール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、キシリトール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトールなどを挙げることができる。中でも、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールが好ましい。

20

【0109】

多価アルコールエステルに用いられるモノカルボン酸としては、特に制限はなく、公知の脂肪族モノカルボン酸、脂環族モノカルボン酸、芳香族モノカルボン酸などを用いることができる。脂環族モノカルボン酸、芳香族モノカルボン酸を用いると、透湿性、保留性を向上させる点で好ましい。好ましいモノカルボン酸の例としては、以下のようなものを挙げることができるが、これに限定されるものではない。

30

【0110】

脂肪族モノカルボン酸としては、炭素数1~32の直鎖または側鎖を持った脂肪酸を好ましく用いることができる。炭素数1~20であることが更に好ましく、炭素数1~10であることが特に好ましい。酢酸を用いるとセルロースエステルとの相溶性が増すため好ましく、酢酸と他のモノカルボン酸を混合して用いることも好ましい。

【0111】

好ましい脂肪族モノカルボン酸としては、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カプロン酸、エナント酸、カプリル酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、2-エチル-ヘキサンカルボン酸、ウンデシル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、ペンタデシル酸、パルミチン酸、ヘプタデシル酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、ヘプタコサン酸、モンタン酸、メリシン酸、ラクセル酸などの飽和脂肪酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、ソルビン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸などの不飽和脂肪酸などを挙げることができる。好ましい脂環族モノカルボン酸の例としては、シクロペンタンカルボン酸、シクロヘキサンカルボン酸、シクロオクタンカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができる。好ましい芳香族モノカルボン酸の例としては、安息香酸、トルイル酸などの安息香酸のベンゼン環にアルキル基を導入したもの、ピフェニルカルボン酸、ナフタリンカルボン酸、テトラリンカルボン酸などのベンゼン環を2個以上持つ芳香族モノカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができる。特に、安息香酸が好ましい。

40

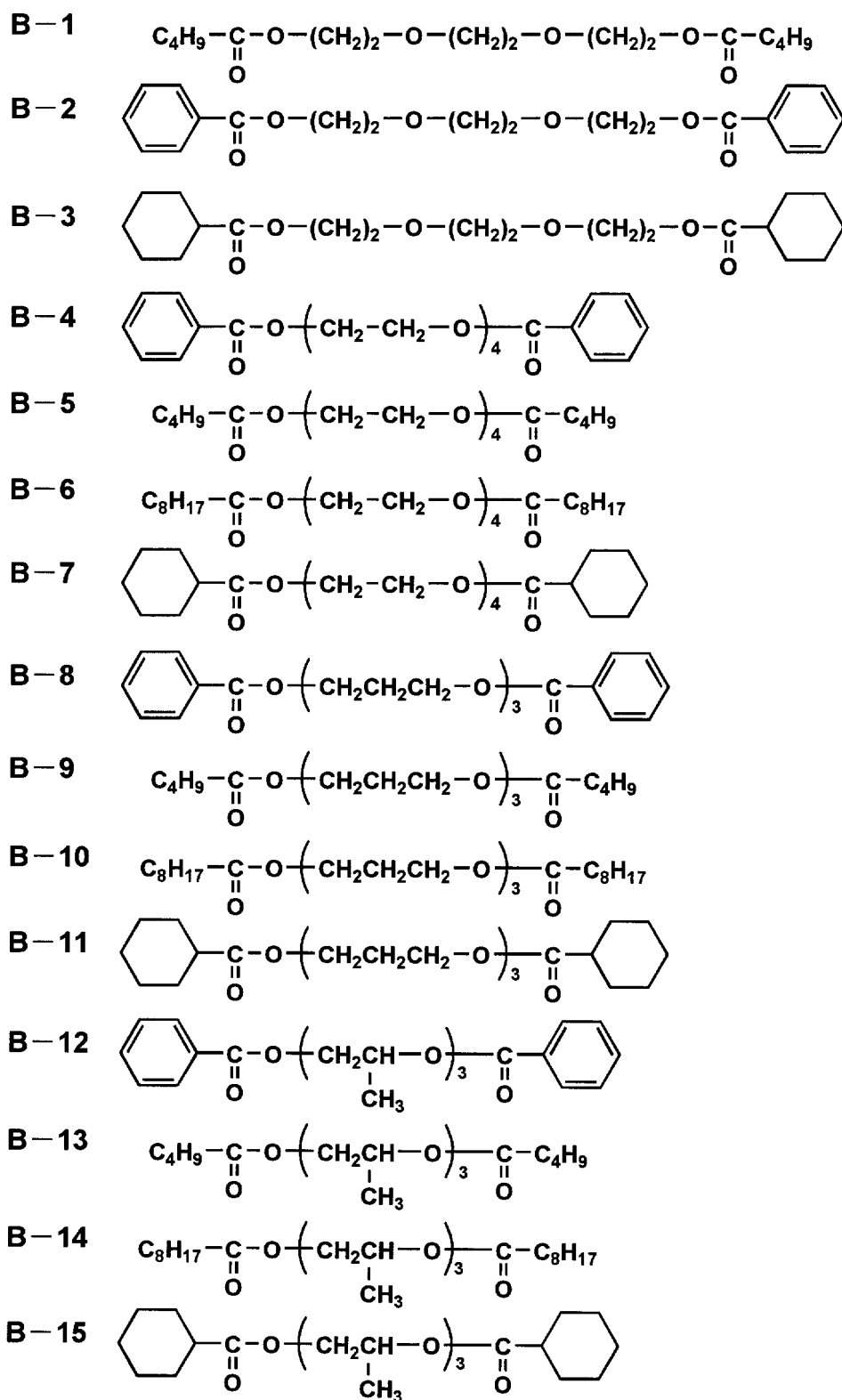
【0112】

50

多価アルコールエステル分子量 300 ~ 1500 の範囲であることが好ましく、350 ~ 750 の範囲であることが更に好ましい。分子量が大きい方が揮発し難くなるため好ましく、透湿性、セルロースエステルとの相溶性の点では小さい方が好ましい。多価アルコールエステルに用いられるカルボン酸は一種類でもよいし、二種以上の混合であってもよい。また、多価アルコール中の OH 基は全てエステル化してもよいし、一部を OH 基のままに残してもよい。以下に、多価アルコールエステルの具体的化合物を示す。

【0113】

【化 4】



10

20

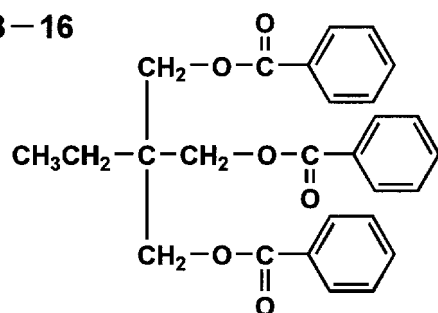
30

40

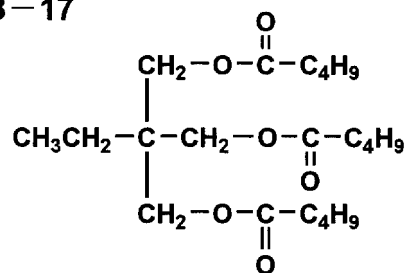
【 0 1 1 4 】

【化 5】

B-16

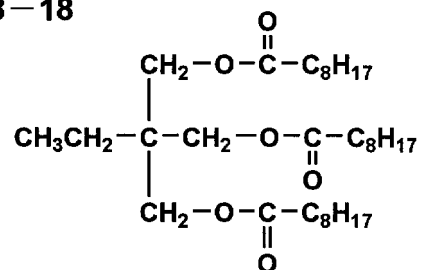


B-17

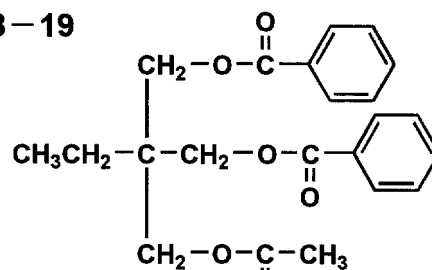


10

B-18

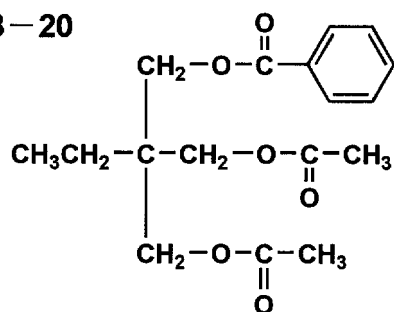


B-19

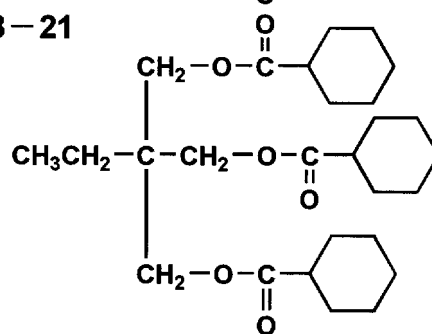


20

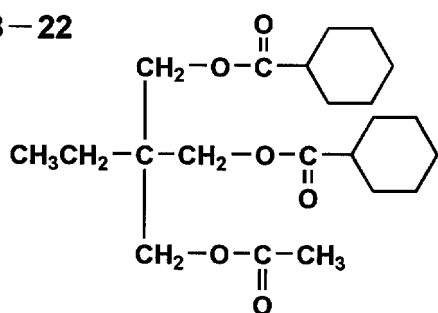
B-20



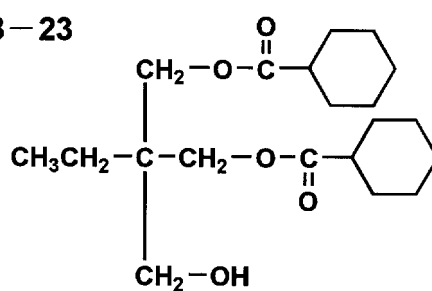
B-21



B-22



B-23

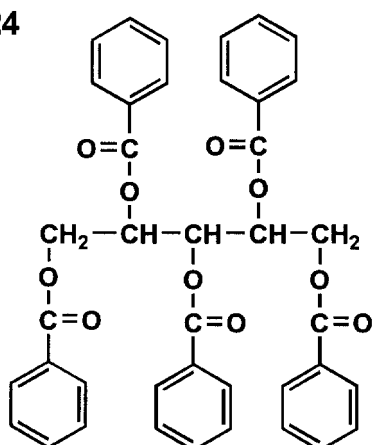


30

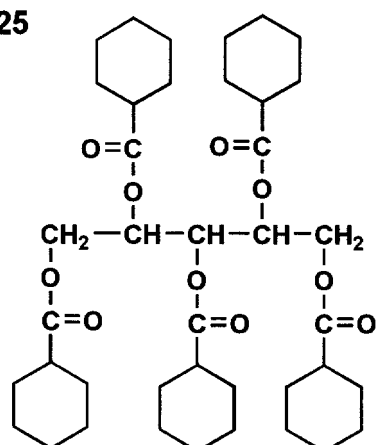
【 0 1 1 5 】

【化 6】

B-24

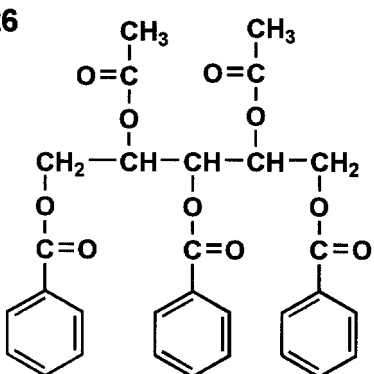


B-25

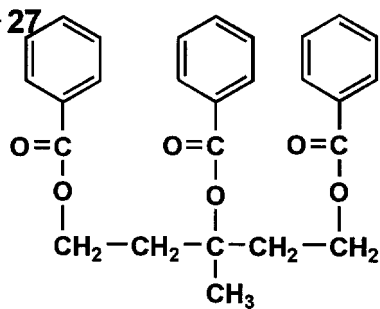


10

B-26

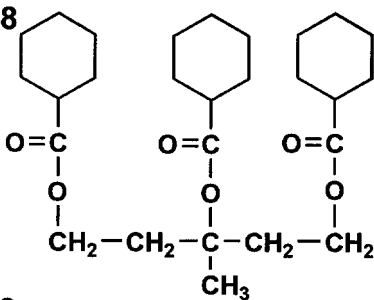


B-27



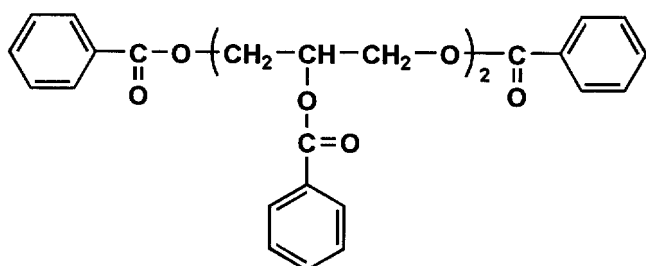
20

B-28



30

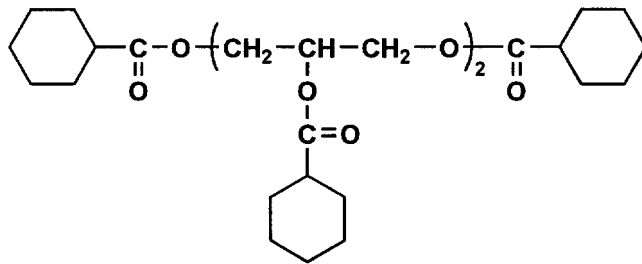
B-29



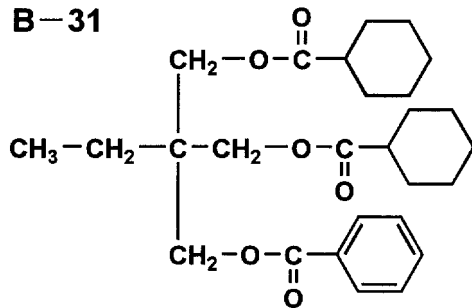
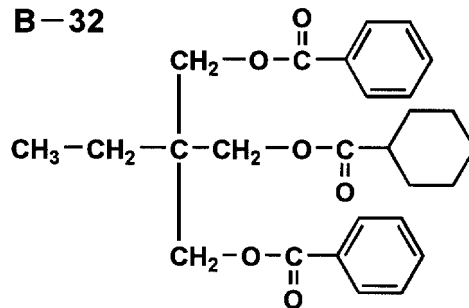
40

【 0 1 1 6 】

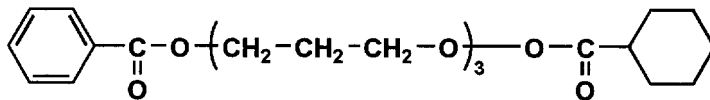
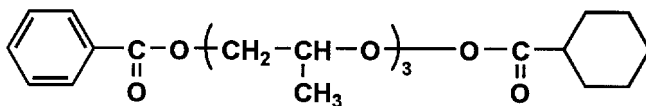
【化 7】

B-30

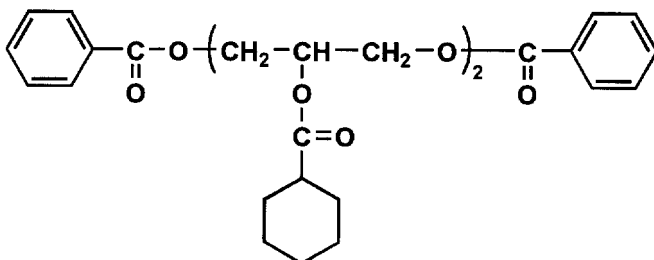
10

B-31**B-32**

20

B-33**B-34**

30

B-35

40

【 0 1 1 7 】

この他、トリメチロールプロパントリアセテート、ペンタエリスリトールテトラアセテートなども好ましく用いられる。

【 0 1 1 8 】

グリコレート系可塑剤は特に限定されないが、アルキルフタリルアルキルグリコレート類が好ましく用いることができる。アルキルフタリルアルキルグリコレート類としては、例えばメチルフタリルメチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルプロピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート、オクチルフタリルオクチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレート、エチルフタリルメチルグ

50

リコレート、エチルフタリルプロピルグリコレート、メチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルブチルグリコレート、ブチルフタリルメチルグリコレート、ブチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルブチルグリコレート、ブチルフタリルプロピルグリコレート、メチルフタリルオクチルグリコレート、エチルフタリルオクチルグリコレート、オクチルフタリルメチルグリコレート、オクチルフタリルエチルグリコレート等が挙げられる。

【 0 1 1 9 】

フタル酸エステル系可塑剤としては、ジエチルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジ - 2 - エチルヘキシルフタレート、ジオクチルフタレート、ジシクロヘキシルフタレート、ジシクロヘキシルテレフタレート等が挙げられる。

10

【 0 1 2 0 】

クエン酸エステル系可塑剤としては、クエン酸アセチルトリメチル、クエン酸アセチルトリエチル、クエン酸アセチルトリブチル等が挙げられる。

【 0 1 2 1 】

脂肪酸エステル系可塑剤として、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル等が挙げられる。

【 0 1 2 2 】

リン酸エステル系可塑剤としては、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、ジフェニルビフェニルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチルホスフェート等が挙げられる。

20

【 0 1 2 3 】

多価カルボン酸エステル化合物としては、2価以上、好ましくは2価～20価の多価カルボン酸とアルコールのエステルよりなる。また、脂肪族多価カルボン酸は2～20価であることが好ましく、芳香族多価カルボン酸、脂環式多価カルボン酸の場合は3価～20価であることが好ましい。

【 0 1 2 4 】

多価カルボン酸は次の一般式(2)で表される。

【 0 1 2 5 】

一般式(2) $R_2(COOH)_m(OH)_n$
(但し、 R_2 は $(m+n)$ 価の有機基、 m は2以上の正の整数、 n は0以上の整数、 $COOH$ 基はカルボキシル基、 OH 基はアルコール性またはフェノール性水酸基を表す)

30

好ましい多価カルボン酸の例としては、例えば以下のようなものを挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸のような3価以上の芳香族多価カルボン酸またはその誘導体、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、シュウ酸、フマル酸、マレイン酸、テトラヒドロフタル酸のような脂肪族多価カルボン酸、酒石酸、タルトロン酸、リンゴ酸、クエン酸のようなオキシ多価カルボン酸などを好ましく用いることができる。特にオキシ多価カルボン酸を用いることが、保留性向上などの点で好ましい。

40

【 0 1 2 6 】

本発明に用いることのできる多価カルボン酸エステル化合物に用いられるアルコールとしては特に制限はなく公知のアルコール、フェノール類を用いることができる。例えば炭素数1～32の直鎖または側鎖を持った脂肪族飽和アルコールまたは脂肪族不飽和アルコールを好ましく用いることができる。炭素数1～20であることが更に好ましく、炭素数1～10であることが特に好ましい。また、シクロペンタノール、シクロヘキサノールなどの脂環式アルコールまたはその誘導体、ベンジルアルコール、シンナミルアルコールなどの芳香族アルコールまたはその誘導体なども好ましく用いることができる。

【 0 1 2 7 】

多価カルボン酸としてオキシ多価カルボン酸を用いる場合は、オキシ多価カルボン酸の

50

アルコール性またはフェノール性の水酸基をモノカルボン酸を用いてエステル化しても良い。好ましいモノカルボン酸の例としては以下のようなものを挙げることができるが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0128】

脂肪族モノカルボン酸としては炭素数1～32の直鎖または側鎖を持った脂肪酸を好ましく用いることができる。炭素数1～20であることが更に好ましく、炭素数1～10であることが特に好ましい。

【0129】

好ましい脂肪族モノカルボン酸としては酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カプロン酸、エナント酸、カプリル酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、2-エチル-ヘキサンカルボン酸、ウンデシル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、ペンタデシル酸、パルミチン酸、ヘプタデシル酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、ヘプタコサン酸、モンタン酸、メリシン酸、ラクセル酸などの飽和脂肪酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、ソルビン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸などの不飽和脂肪酸などを挙げることができる。

10

【0130】

好ましい脂環族モノカルボン酸の例としては、シクロペンタンカルボン酸、シクロヘキサンカルボン酸、シクロオクタンカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができる。

20

【0131】

好ましい芳香族モノカルボン酸の例としては、安息香酸、トルイル酸などの安息香酸のベンゼン環にアルキル基を導入したもの、ピフェニルカルボン酸、ナフタリンカルボン酸、テトラリンカルボン酸などのベンゼン環を2個以上もつ芳香族モノカルボン酸、またはそれらの誘導体を挙げることができる。特に酢酸、プロピオン酸、安息香酸であることが好ましい。

【0132】

多価カルボン酸エステル化合物の分子量は特に制限はないが、分子量300～1000の範囲であることが好ましく、350～750の範囲であることが更に好ましい。保留性向上の点では大きい方が好ましく、透湿性、セルロースエステルとの相溶性の点では小さい方が好ましい。

30

【0133】

多価カルボン酸エステルに用いられるアルコール類は一種類でも良いし、二種以上の混合であっても良い。

【0134】

多価カルボン酸エステル化合物の酸価は1mg KOH/g以下であることが好ましく、0.2mg KOH/g以下であることが更に好ましい。酸価を上記範囲にすることによって、リターデーションの環境変動も抑制されるため好ましい。

【0135】

(酸価)

酸価とは、試料1g中に含まれる酸(試料中に存在するカルボキシル基)を中和するために必要な水酸化カリウムのミリグラム数をいう。酸価はJIS K0070に準拠して測定したものである。

40

【0136】

特に好ましい多価カルボン酸エステル化合物の例を以下に示すが、本発明はこれに限定されるものではない。例えば、トリエチルシトレート、トリブチルシトレート、アセチルトリエチルシトレート(ATEC)、アセチルトリブチルシトレート(ATBC)、ベンゾイルトリブチルシトレート、アセチルトリフェニルシトレート、アセチルトリベンジルシトレート、酒石酸ジブチル、酒石酸ジアセチルジブチル、トリメリット酸トリブチル、ピロメリット酸テトラブチル等が挙げられる。

【0137】

50

ポリエステル系可塑剤は特に限定されないが、分子内に芳香環またはシクロアルキル環を有するポリエステル系可塑剤を用いることができる。ポリエステル系可塑剤としては、特に限定されないが、例えば、下記一般式(3)で表せる芳香族末端エステル系可塑剤を用いることができる。

【0138】

一般式(3) $B - (G - A)_n - G - B$

(式中、Bはベンゼンモノカルボン酸残基、Gは炭素数2～12のアルキレングリコール残基または炭素数6～12のアリールグリコール残基または炭素数が4～12のオキシアルキレングリコール残基、Aは炭素数4～12のアルキレンジカルボン酸残基または炭素数6～12のアリールジカルボン酸残基を表し、またnは1以上の整数を表す。)

一般式(3)中、Bで示されるベンゼンモノカルボン酸残基とGで示されるアルキレングリコール残基またはオキシアルキレングリコール残基またはアリールグリコール残基、Aで示されるアルキレンジカルボン酸残基またはアリールジカルボン酸残基とから構成されるものであり、通常のポリエステル系可塑剤と同様の反応により得られる。

【0139】

ポリエステル系可塑剤のベンゼンモノカルボン酸成分としては、例えば、安息香酸、パラターシャリブチル安息香酸、オルソトルイル酸、メタトルイル酸、パラトルイル酸、ジメチル安息香酸、エチル安息香酸、ノルマルプロピル安息香酸、アミノ安息香酸、アセトキシ安息香酸等があり、これらはそれぞれ1種または2種以上の混合物として使用することができる。

【0140】

ポリエステル系可塑剤の炭素数2～12のアルキレングリコール成分としては、エチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,2-プロパンジオール、2-メチル1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール(ネオペンチルグリコール)、2,2-ジエチル-1,3-プロパンジオール(3,3-ジメチロールペンタン)、2-n-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオール(3,3-ジメチロールヘプタン)、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、2,2,4-トリメチル1,3-ペンタンジオール、2-エチル1,3-ヘキサジオール、2-メチル1,8-オクタンジオール、1,9-ノナンジオール、1,10-デカンジオール、1,12-オクタデカンジオール等があり、これらのグリコールは、1種または2種以上の混合物として使用される。特に炭素数2～12のアルキレングリコールがセルロースエステルとの相溶性に優れているため、特に好ましい。

【0141】

また、上記芳香族末端エステルの炭素数4～12のオキシアルキレングリコール成分としては、例えば、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール等があり、これらのグリコールは、1種または2種以上の混合物として使用できる。

【0142】

芳香族末端エステルの炭素数4～12のアルキレンジカルボン酸成分としては、例えば、コハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸等があり、これらは、それぞれ1種または2種以上の混合物として使用される。炭素数6～12のアリレンジカルボン酸成分としては、フタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、1,5ナフタレンジカルボン酸、1,4ナフタレンジカルボン酸等がある。

【0143】

ポリエステル系可塑剤は、数平均分子量が、好ましくは300～1500、より好ましくは400～1000の範囲が好適である。また、その酸価は、0.5mg KOH/g以下、水酸基価は25mg KOH/g以下、より好ましくは酸価0.3mg KOH/g以下

10

20

30

40

50

、水酸基価は 15 mg KOH / g 以下のものである。

【0144】

以下、芳香族末端エステル系可塑剤の合成例を示す。

【0145】

サンプル No. 1 (芳香族末端エステルサンプル)

反応容器にフタル酸 410 部、安息香酸 610 部、ジプロピレングリコール 737 部、及び触媒としてテトライソプロピルチタネート 0.40 部を一括して仕込み窒素気流中で攪拌下、還流凝縮器を付して過剰の 1 価アルコールを還流させながら、酸価が 2 以下になるまで 130 ~ 250 で加熱を続け生成する水を連続的に除去した。次いで 200 ~ 230 で 1.33 × 10⁴ Pa ~ 最終的に 4 × 10² Pa 以下の減圧下、留出分を除去し、この後濾過して次の性状を有する芳香族末端エステル系可塑剤を得た。

10

【0146】

粘度 (25、mPa・s) ; 43400

酸価 ; 0.2

サンプル No. 2 (芳香族末端エステルサンプル)

反応容器に、フタル酸 410 部、安息香酸 610 部、エチレングリコール 341 部、及び触媒としてテトライソプロピルチタネート 0.35 部を用いる以外はサンプル No. 1 と全く同様にして次の性状を有する芳香族末端エステルを得た。

【0147】

粘度 (25、mPa・s) ; 31000

酸価 ; 0.1

サンプル No. 3 (芳香族末端エステルサンプル)

反応容器に、フタル酸 410 部、安息香酸 610 部、1, 2 - プロパンジオール 418 部、及び触媒としてテトライソプロピルチタネート 0.35 部を用いる以外はサンプル No. 1 と全く同様にして次の性状を有する芳香族末端エステルを得た。

【0148】

粘度 (25、mPa・s) ; 38000

酸価 ; 0.05

サンプル No. 4 (芳香族末端エステルサンプル)

反応容器に、フタル酸 410 部、安息香酸 610 部、1, 3 - プロパンジオール 418 部、及び触媒としてテトライソプロピルチタネート 0.35 部を用いる以外はサンプル No. 1 と全く同様にして次の性状を有する芳香族末端エステルを得た。

【0149】

粘度 (25、mPa・s) ; 37000

酸価 ; 0.05

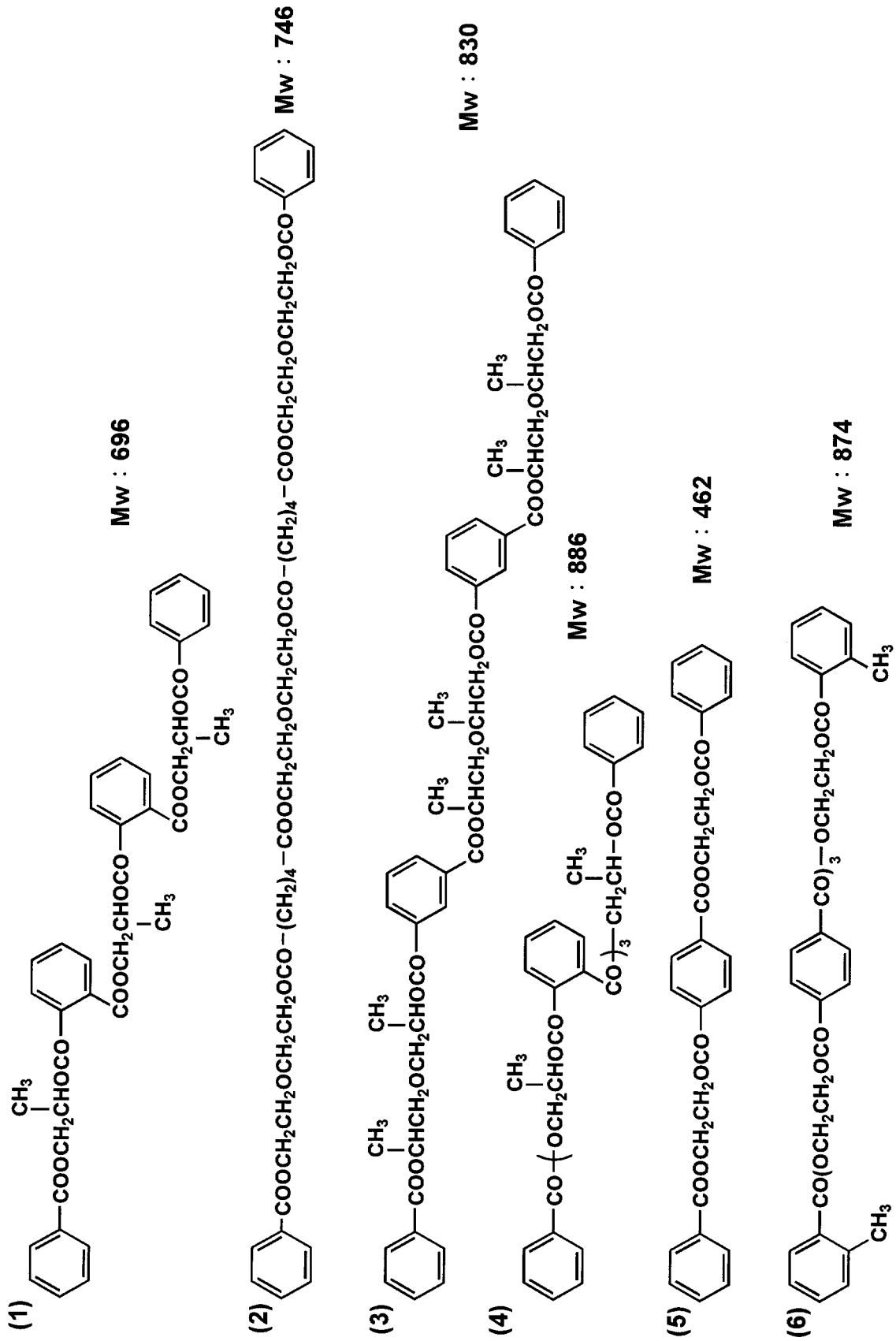
以下に、芳香族末端エステル系可塑剤の具体的化合物を示すが、本発明はこれに限定されない。

【0150】

20

30

【化 8】



【 0 1 5 1 】

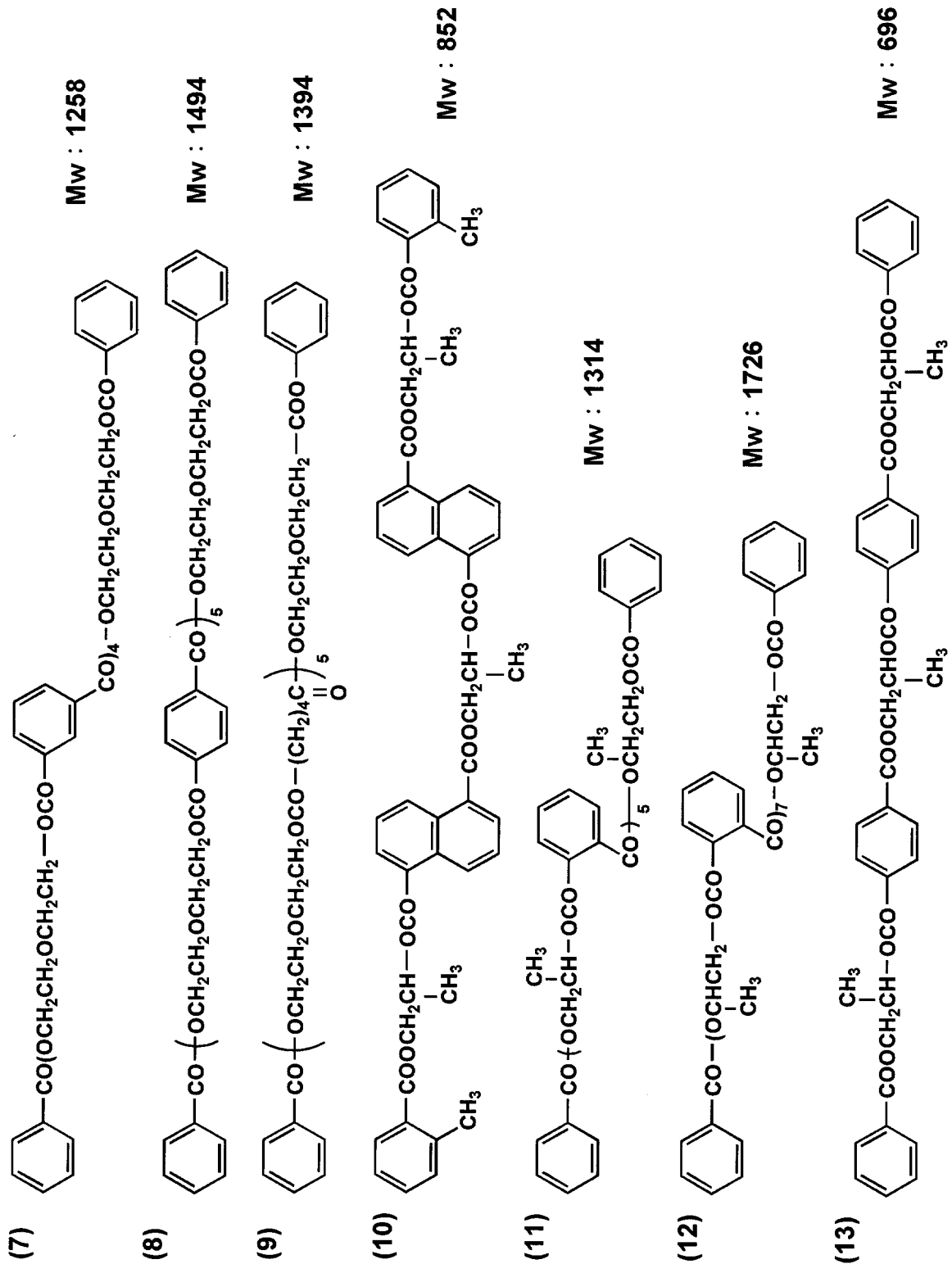
10

20

30

40

【化 9】



10

20

30

40

【 0 1 5 2 】

(紫外線吸収剤)

本発明に係る光学フィルムは、紫外線吸収剤を含有することもある。紫外線吸収剤は 400 nm 以下の紫外線を吸収することで、耐久性を向上させることを目的としており、特に波長 370 nm での透過率が 10 % 以下であることが好ましく、より好ましくは 5 %

50

以下、更に好ましくは 2 % 以下である。

【 0 1 5 3 】

本発明に用いられる紫外線吸収剤は特に限定されないが、例えばオキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、トリアジン系化合物、ニッケル錯塩系化合物、無機粉体等が挙げられる。

【 0 1 5 4 】

例えば、5 - クロロ - 2 - (3 , 5 - ジ - s e c - ブチル - 2 - ヒドロキシルフェニル) - 2 H - ベンゾトリアゾール、(2 - 2 H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) - 6 - (直鎖及び側鎖ドデシル) - 4 - メチルフェノール、2 - ヒドロキシ - 4 - ベンジルオキシベンゾフェノン、2 , 4 - ベンジルオキシベンゾフェノン等があり、また、チヌビン 1 0 9、チヌビン 1 7 1、チヌビン 2 3 4、チヌビン 3 2 6、チヌビン 3 2 7、チヌビン 3 2 8 等のチヌビン類があり、これらは何れもチバ・ジャパン社製の市販品であり好ましく使用できる。

10

【 0 1 5 5 】

本発明で好ましく用いられる紫外線吸収剤は、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、トリアジン系紫外線吸収剤であり、特に好ましくはベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、である。

【 0 1 5 6 】

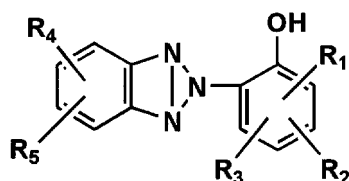
例えば、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては下記一般式 (a) で示される化合物を用いることができる。

20

【 0 1 5 7 】

【 化 1 0 】

一般式(a)



30

【 0 1 5 8 】

式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び R_5 は同一でも異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、ヒドロキシ基、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、モノもしくはジアルキルアミノ基、アシルアミノ基または 5 ~ 6 員の複素環基を表し、 R_4 と R_5 は閉環して 5 ~ 6 員の炭素環を形成してもよい。

40

【 0 1 5 9 】

また、上記記載のこれらの基は、任意の置換基を有してよい。

【 0 1 6 0 】

以下に本発明に用いられるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤の具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

【 0 1 6 1 】

UV - 1 : 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 5 ' - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール

UV - 2 : 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' , 5 ' - ジ - t e r t - ブチルフェニル) ベンゾトリアゾール

UV - 3 : 2 - (2 ' - ヒドロキシ - 3 ' - t e r t - ブチル - 5 ' - メチルフェニル

50

）ベンゾトリアゾール

UV - 4 : 2 - (2' - ヒドロキシ - 3' , 5' - ジ - t e r t - ブチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール

UV - 5 : 2 - (2' - ヒドロキシ - 3' - (3" , 4" , 5" , 6" - テトラヒドロフタルイミドメチル) - 5' - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール

UV - 6 : 2 , 2 - メチレンビス (4 - (1 , 1 , 3 , 3 - テトラメチルブチル) - 6 - (2 H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) フェノール)

UV - 7 : 2 - (2' - ヒドロキシ - 3' - t e r t - ブチル - 5' - メチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール

UV - 8 : 2 - (2 H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) - 6 - (直鎖及び側鎖ドデシル) - 4 - メチルフェノール (T I N U V I N 1 7 1)

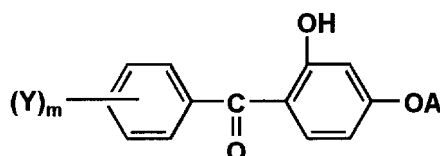
UV - 9 : オクチル - 3 - [3 - t e r t - ブチル - 4 - ヒドロキシ - 5 - (クロロ - 2 H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) フェニル] プロピオネートと 2 - エチルヘキシル - 3 - [3 - t e r t - ブチル - 4 - ヒドロキシ - 5 - (5 - クロロ - 2 H - ベンゾトリアゾール - 2 - イル) フェニル] プロピオネートの混合物 (T I N U V I N 1 0 9)

更に、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤としては下記一般式 (b) で表される化合物が好ましく用いられる。

【 0 1 6 2 】

【 化 1 1 】

一般式(b)



20

30

【 0 1 6 3 】

式中、Yは水素原子、ハロゲン原子またはアルキル基、アルケニル基、アルコキシル基、及びフェニル基を表し、これらのアルキル基、アルケニル基及びフェニル基は置換基を有していてもよい。Aは水素原子、アルキル基、アルケニル基、フェニル基、シクロアルキル基、アルキルカルボニル基、アルキルスルホニル基または - C O (N H) n - 1 - D 基を表し、Dはアルキル基、アルケニル基または置換基を有していてもよいフェニル基を表す。m及びnは1または2を表す。

【 0 1 6 4 】

上記において、アルキル基としては、例えば、炭素数24までの直鎖または分岐の脂肪族基を表し、アルコキシル基としては例えば、炭素数18までのアルコキシル基を表し、アルケニル基としては例えば、炭素数16までのアルケニル基でアリル基、2-ブテニル基等を表す。また、アルキル基、アルケニル基、フェニル基への置換基としてはハロゲン原子、例えば、塩素原子、臭素原子、フッ素原子等、ヒドロキシル基、フェニル基（このフェニル基にはアルキル基またはハロゲン原子等を置換していてもよい）等が挙げられる。

40

【 0 1 6 5 】

以下に一般式 (b) で表されるベンゾフェノン系紫外線吸収剤の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

【 0 1 6 6 】

UV - 1 0 : 2 , 4 - ジヒドロキシベンゾフェノン

50

UV - 11 : 2 , 2' - ジヒドロキシ - 4 - メトキシベンゾフェノン

UV - 12 : 2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシ - 5 - スルホベンゾフェノン

UV - 13 : ビス (2 - メトキシ - 4 - ヒドロキシ - 5 - ベンゾイルフェニルメタン)

この他、後述する 1 , 3 , 5 トリアジン環を有する化合物等の円盤状化合物も紫外線吸収剤として好ましく用いられる。

【 0 1 6 7 】

本発明に係わる偏光板保護フィルムは紫外線吸収剤を 2 種以上を含有することが好ましい。

【 0 1 6 8 】

また、紫外線吸収剤としては高分子紫外線吸収剤も好ましく用いることができ、特に特開平 6 - 1 4 8 4 3 0 号記載のポリマータイプの紫外線吸収剤が好ましく用いられる。

【 0 1 6 9 】

紫外線吸収剤の添加方法は、メタノール、エタノール、ブタノール等のアルコールやメチレンクロライド、酢酸メチル、アセトン、ジオキソラン等の有機溶媒或いはこれらの混合溶媒に紫外線吸収剤を溶解してからドープに添加するか、または直接ドープ組成中に添加してもよい。無機粉体のように有機溶剤に溶解しないものは、有機溶剤とセルロースエステル中にデゾルバーやサンドミルを使用し、分散してからドープに添加する。

【 0 1 7 0 】

紫外線吸収剤の使用量は、紫外線吸収剤の種類、使用条件等により一様ではないが、光学フィルムの乾燥膜厚が 3 0 ~ 2 0 0 μm の場合は、光学フィルムに対して 0 . 5 ~ 1 0 質量 % が好ましく、 0 . 6 ~ 4 質量 % が更に好ましい。

【 0 1 7 1 】

(微粒子)

本発明の光学フィルムは、微粒子を含有することが好ましい。

【 0 1 7 2 】

微粒子としては、無機化合物の例として、二酸化珪素、二酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、炭酸カルシウム、炭酸カルシウム、タルク、クレイ、焼成カオリン、焼成ケイ酸カルシウム、水和ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム及びリン酸カルシウム等を挙げることができる。微粒子は珪素を含むものが濁度が低くなる点で好ましく、特に二酸化珪素が好ましい。

【 0 1 7 3 】

微粒子の一次粒子の平均粒径は 5 ~ 4 0 0 nm が好ましく、更に好ましいのは 1 0 ~ 3 0 0 nm である。これらは主に粒径 0 . 0 5 ~ 0 . 3 μm の 2 次凝集体として含有されていてもよく、平均粒径 1 0 0 ~ 4 0 0 nm の粒子であれば凝集せずに一次粒子として含まれていることも好ましい。光学フィルム中のこれらの微粒子の含有量は 0 . 0 1 ~ 1 質量 % であることが好ましく、特に 0 . 0 5 ~ 0 . 5 質量 % が好ましい。共流延法による多層構成の光学フィルムの場合は、表面にこの添加量の微粒子を含有することが好ましい。

【 0 1 7 4 】

二酸化珪素の微粒子は、例えば、アエロジル R 9 7 2 、 R 9 7 2 V 、 R 9 7 4 、 R 8 1 2 、 2 0 0 、 2 0 0 V 、 3 0 0 、 R 2 0 2 、 O X 5 0 、 T T 6 0 0 (以上日本アエロジル (株) 製) の商品名で市販されており、使用することができる。

【 0 1 7 5 】

酸化ジルコニウムの微粒子は、例えば、アエロジル R 9 7 6 及び R 8 1 1 (以上日本アエロジル (株) 製) の商品名で市販されており、使用することができる。

【 0 1 7 6 】

ポリマーの例として、シリコーン樹脂、フッ素樹脂及びアクリル樹脂を挙げることができる。シリコーン樹脂が好ましく、特に三次元の網状構造を有するものが好ましく、例えば、トスパール 1 0 3 、 同 1 0 5 、 同 1 0 8 、 同 1 2 0 、 同 1 4 5 、 同 3 1 2 0 及び同 2 4 0 (以上東芝シリコーン (株) 製) の商品名で市販されており、使用することができる。

。

10

20

30

40

50

【0177】

これらの中でもアエロジル200V、アエロジルR972Vが光学フィルムのヘイズを低く保ちながら、摩擦係数を下げる効果が大きいため特に好ましく用いられる。本発明の光学フィルムにおいては、少なくとも一方の面の動摩擦係数が0.2～1.0であることが好ましい。

【0178】

(染料)

本発明の光学フィルムには、色味調整のため染料を添加することもできる。例えば、フィルムの黄色味を抑えるために青色染料を添加してもよい。好ましい染料としてはアンスラキノン系染料が挙げられる。

10

【0179】

アンスラキノン系染料は、アンスラキノンの1位から8位迄の任意の位置に任意の置換基を有することができる。好ましい置換基としてはアニリノ基、ヒドロキシル基、アミノ基、ニトロ基、または水素原子が挙げられる。特に特開2001-154017号記載の青色染料、特にアントラキノン系染料を含有することが好ましい。

【0180】

各種添加剤は製膜前のセルロースエステル含有溶液であるドープにバッチ添加してもよいし、添加剤溶解液を別途用意してインライン添加してもよい。特に微粒子は濾過材への負荷を減らすために、一部または全量をインライン添加することが好ましい。

20

【0181】

添加剤溶解液をインライン添加する場合は、ドープとの混合性をよくするため、少量のセルロースエステルに溶解するのが好ましい。好ましいセルロースエステルの量は、溶剤100質量部に対して1～10質量部で、より好ましくは、3～5質量部である。

【0182】

本発明においてインライン添加、混合を行うためには、例えば、スタチックミキサー(東レエンジニアリング製)、SWJ(東レ静止型管内混合器 Hi-Mixer)等のインラインミキサー等が好ましく用いられる。

【0183】

(光学フィルムの製造方法)

次に、本発明の光学フィルムの製造方法について説明する。

30

【0184】

本発明の光学フィルムは溶液流延法で製造されたフィルムであっても、熔融流延法で製造されたフィルムであっても、どちらも好ましく用いることができる。

【0185】

溶液流延法による本発明の光学フィルムの製造は、セルロースエステル及び前記添加剤を溶剤に溶解させてドープを調製する工程、ドープを無限に移行する無端の金属支持体上に流延する工程、流延したドープをウェブとして乾燥する工程、金属支持体から剥離する工程、延伸または幅保持する工程、更に乾燥する工程、仕上がったフィルムを巻取る工程により行われる。

【0186】

ドープを調製する工程について述べる。ドープ中のセルロースエステルの濃度は、濃い方が金属支持体に流延した後の乾燥負荷が低減できて好ましいが、セルロースエステルの濃度が濃過ぎると濾過時の負荷が増えて、濾過精度が悪くなる。これらを両立する濃度としては、10～35質量%が好ましく、更に好ましくは、15～25質量%である。

40

【0187】

ドープで用いられる溶剤は、単独で用いても2種以上を併用してもよいが、セルロースエステルの良溶剤と貧溶剤を混合して使用することが生産効率の点で好ましく、良溶剤が多い方がセルロースエステルの溶解性の点で好ましい。良溶剤と貧溶剤の混合比率の好ましい範囲は、良溶剤が70～98質量%であり、貧溶剤が2～30質量%である。良溶剤、貧溶剤とは、使用するセルロースエステルを単独で溶解するものを良溶剤、単独で膨潤

50

するかまたは溶解しないものを貧溶剤と定義している。そのため、セルロースエステルの平均酢化度（アセチル基置換度）によっては、良溶剤、貧溶剤が変わり、例えばアセトンを溶剤として用いる時には、セルロースエステルの酢酸エステル（アセチル基置換度 2.4）、セルロースアセテートプロピオネートでは良溶剤になり、セルロースの酢酸エステル（アセチル基置換度 2.8）では貧溶剤となる。

【0188】

良溶剤は特に限定されないが、メチレンクロライド等の有機ハロゲン化合物やジオキソラン類、アセトン、酢酸メチル、アセト酢酸メチル等が挙げられる。特に好ましくはメチレンクロライドまたは酢酸メチルが挙げられる。

【0189】

また、貧溶剤は特に限定されないが、例えば、メタノール、エタノール、n-ブタノール、シクロヘキサン、シクロヘキサノン等が好ましく用いられる。また、ドープ中には水が 0.01 ~ 2 質量% 含有していることが好ましい。また、セルロースエステルの溶解に用いられる溶媒は、フィルム製膜工程で乾燥によりフィルムから除去された溶媒を回収し、これを再利用して用いられる。回収溶剤中に、セルロースエステルに添加されている添加剤、例えば可塑剤、紫外線吸収剤、ポリマー、モノマー成分などが微量含有されていることもあるが、これらが含まれていても好ましく再利用することができるし、必要であれば精製して再利用することもできる。

【0190】

上記記載のドープを調製する時の、セルロースエステルの溶解方法としては、一般的な方法を用いることができる。加熱と加圧を組み合わせると常圧における沸点以上に加熱できる。溶剤の常圧での沸点以上でかつ加圧下で溶剤が沸騰しない範囲の温度で加熱しながら攪拌溶解すると、ゲルやママコと呼ばれる塊状未溶解物の発生を防止するため好ましい。また、セルロースエステルを貧溶剤と混合して湿潤或いは膨潤させた後、更に良溶剤を添加して溶解する方法も好ましく用いられる。

【0191】

加圧は窒素ガス等の不活性気体を圧入する方法や、加熱によって溶剤の蒸気圧を上昇させる方法によって行ってもよい。加熱は外部から行うことが好ましく、例えばジャケットタイプのものは温度コントロールが容易で好ましい。

【0192】

溶剤を添加しての加熱温度は、高い方がセルロースエステルの溶解性の観点から好ましいが、加熱温度が高過ぎると必要とされる圧力が大きくなり生産性が悪くなる。好ましい加熱温度は 45 ~ 120 であり、60 ~ 110 がより好ましく、70 ~ 105 が更に好ましい。また、圧力は設定温度で溶剤が沸騰しないように調整される。

【0193】

もしくは冷却溶解法も好ましく用いられ、これによって酢酸メチルなどの溶媒にセルロースエステルを溶解させることができる。

【0194】

次に、このセルロースエステル溶液を濾紙等の適当な濾過材を用いて濾過する。濾過材としては、不溶物等を除去するために絶対濾過精度が小さい方が好ましいが、絶対濾過精度が小さ過ぎると濾過材の目詰まりが発生し易いという問題がある。このため絶対濾過精度 0.008 mm 以下の濾材が好ましく、0.001 ~ 0.008 mm の濾材がより好ましく、0.003 ~ 0.006 mm の濾材が更に好ましい。

【0195】

濾材の材質は特に制限はなく、通常の濾材を使用することができるが、ポリプロピレン、テフロン（登録商標）等のプラスチック製の濾材や、ステンレススティール等の金属製の濾材が繊維の脱落等がなく好ましい。濾過により、原料のセルロースエステルに含まれていた不純物、特に輝点異物を除去、低減することが好ましい。

【0196】

輝点異物とは、2枚の偏光板をクロスニコル状態にして配置し、その間に光学フィルム

10

20

30

40

50

を置き、一方の偏光板の側から光を当てて、他方の偏光板の側から観察した時に反対側からの光が漏れて見える点（異物）のことであり、径が 0.01 mm 以上である輝点数が 200 個/cm^2 以下であることが好ましい。より好ましくは 100 個/cm^2 以下であり、更に好ましくは 50 個/m^2 以下であり、更に好ましくは $0\sim10\text{ 個/cm}^2$ 以下である。また、 0.01 mm 以下の輝点も少ない方が好ましい。

【0197】

ドーブの濾過は通常の方法で行うことができるが、溶剤の常圧での沸点以上で、且つ加圧下で溶剤が沸騰しない範囲の温度で加熱しながら濾過する方法が、濾過前後の濾圧の差（差圧という）の昇が小さく、好ましい。好ましい温度は $45\sim120$ であり、 $45\sim70$ がより好ましく、 $45\sim55$ であることが更に好ましい。

10

【0198】

濾圧は小さい方が好ましい。濾圧は 1.6 MPa 以下であることが好ましく、 1.2 MPa 以下であることがより好ましく、 1.0 MPa 以下であることが更に好ましい。

【0199】

ここで、ドーブの流延について説明する。

【0200】

流延（キャスト）工程における金属支持体は、表面を鏡面仕上げしたものが好ましく、金属支持体としては、ステンレススティールベルトもしくは鋳物で表面をメッキ仕上げしたドラムが好ましく用いられる。キャストの幅は $1\sim4\text{ m}$ とすることができる。本発明の光学フィルムの幅は好ましくは、 $1.6\sim4\text{ m}$ である為、必然的にキャスト幅も広幅となる。流延工程の金属支持体の表面温度は $-50\sim$ 溶剤の沸点未満の温度で、温度が高い方がウェブの乾燥速度が速くできるので好ましいが、余り高過ぎるとウェブが発泡したり、平面性が劣化する場合がある。好ましい支持体温度は $0\sim40$ であり、 $5\sim30$ が更に好ましい。或いは、冷却することによってウェブをゲル化させて残留溶媒を多く含んだ状態でドラムから剥離することも好ましい方法である。金属支持体の温度を制御する方法は特に制限されないが、温風または冷風を吹きかける方法や、温水を金属支持体の裏側に接触させる方法がある。温水を用いる方が熱の伝達が効率的に行われるため、金属支持体の温度が一定になるまでの時間が短く好ましい。温風を用いる場合は目的の温度よりも高い温度の風を使う場合がある。

20

【0201】

光学フィルムが良好な平面性を示すためには、金属支持体からウェブを剥離する際の残留溶媒量は $10\sim150\text{ 質量\%}$ が好ましく、更に好ましくは $20\sim40\text{ 質量\%}$ または $60\sim130\text{ 質量\%}$ であり、特に好ましくは、 $20\sim30\text{ 質量\%}$ または $70\sim120\text{ 質量\%}$ である。

30

【0202】

本発明においては、残留溶媒量は下記式で定義される。

【0203】

$$\text{残留溶媒量 (質量\%)} = \{ (M - N) / N \} \times 100$$

尚、Mはウェブまたはフィルムを製造中または製造後の任意の時点で採取した試料の質量で、NはMを 115 で1時間の加熱後の質量である。

40

【0204】

また、光学フィルムの乾燥工程においては、ウェブを金属支持体より剥離し、更に乾燥し、残留溶媒量を $1\text{ 質量\%}$ 以下にすることが好ましく、更に好ましくは $0.1\text{ 質量\%}$ 以下であり、特に好ましくは $0\sim0.01\text{ 質量\%}$ 以下である。

【0205】

フィルム乾燥工程では一般にロール乾燥方式（上下に配置した多数のロールをウェブを交互に通し乾燥させる方式）やテンター方式でウェブを搬送させながら乾燥する方式が採られる。

【0206】

本発明の光学フィルムを作製するためには、金属支持体より剥離した直後のウェブの残

50

留溶剤量の多いところで搬送方向（ＭＤ方向）に延伸し、更にウェブの両端をクリップ等で把持するテンター方式で搬送方向と直交する方向（ＴＤ方向）に延伸を行うことが好ましい。

【０２０７】

剥離直後にＭＤ方向に延伸するために、剥離張力を２１０Ｎ／ｍ以上で剥離することが好ましく、特に好ましくは２２０～３００Ｎ／ｍである。

【０２０８】

ウェブを乾燥させる手段は特に制限なく、一般的に熱風、赤外線、加熱ロール、マイクロ波等で行うことができるが、簡便さの点で熱風で行うことが好ましい。

【０２０９】

ウェブの乾燥工程における乾燥温度は９０～２００が好ましく、より好ましくは１１０～１６０である。乾燥温度は段階的に高くしていくことが好ましい。

【０２１０】

好ましい乾燥時間は、乾燥温度にもよるが、５分～６０分が好ましく、１０分～３０分がより好ましい。

【０２１１】

光学フィルムの膜厚は、特に限定はされないが１０～２００μｍが用いられる。特に膜厚は１０～１００μｍであることが特に好ましい。更に好ましくは２０～８０μｍである。

【０２１２】

本発明の光学フィルムは、幅１～４ｍのものが用いられる。生産性の観点から幅１．６～４ｍのものが好ましく用いられ、特に好ましくは１．８～３．６ｍである。４ｍを超えると搬送が困難となる。

【０２１３】

（延伸操作、屈折率制御）

本発明の光学フィルムは、広幅化する為に高倍率で延伸することが好ましく、高倍率で延伸した場合でもヘイズの発生が抑制され、スリット適性に優れた光学フィルムを提供することができる。

【０２１４】

また、延伸は光学フィルムとしてのリターデーションを調整する上でも重要な操作である。本発明の光学フィルムは、下記式で表されるリターデーション値 R_o が０～２０nm、 R_t が－１００～１００nmであることが好ましく、より好ましくは R_o ５nm、－１０nm R_t １０nmの範囲であることがより好ましい。

【０２１５】

式(i) $R_o = (n_x - n_y) \times d$

式(ii) $R_t = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d$

（式中、 R_o はフィルム面内リターデーション値、 R_t はフィルム厚み方向リターデーション値、 n_x はフィルム面内の遅相軸方向の屈折率、 n_y はフィルム面内の進相軸方向の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚さ（nm）を表す。）

上記屈折率は、例えばＫＯＢＲＡ－２１ＡＤＨ（王子計測機器（株））を用いて、２３、５５％ＲＨの環境下で、波長が５９０nmで求めることができる。

【０２１６】

上記リターデーション値 R_o 、 R_t を得るには、光学フィルムが本発明の構成をとり、更に延伸操作により屈折率制御を行うことが好ましい。

【０２１７】

例えばフィルムのＭＤ方向、及びＴＤ方向に対して、逐次または同時に延伸することができる。

【０２１８】

互いに直交する２軸方向の延伸倍率は、それぞれ最終的にはＭＤ方向に１．０７～２．０倍、ＴＤ方向に１．０７～２．０倍の範囲とすることが好ましく、ＭＤ方向に１．０７

10

20

30

40

50

～ 1.5 倍、TD 方向に 1.05 ～ 2.0 倍の範囲で行うことが好ましい。

【0219】

ウェブを延伸する方法には特に限定はない。例えば、複数のロールに周速差をつけ、その間でロール周速差を利用して MD 方向に延伸する方法、ウェブの両端をクリップやピンで固定し、クリップやピンの間隔を進行方向に広げて MD 方向に延伸する方法、同様に横方向に広げて TD 方向に延伸する方法、或いは MD / TD 方向同時に広げて MD / TD 両方向に延伸する方法などが挙げられる。もちろんこれ等の方法は、組み合わせて用いてもよい。また、所謂テンター法の場合、リニアドライブ方式でクリップ部分を駆動すると滑らかな延伸を行うことができ、破断等の危険性が減少できるので好ましい。

【0220】

製膜工程のこれらの幅保持或いは横方向の延伸はテンターによって行うことが好ましく、ピンテンターでもクリップテンターでもよい。

【0221】

テンター内などの製膜工程でのフィルム搬送張力は温度にもよるが、120 N / m ～ 200 N / m が好ましく、140 N / m ～ 200 N / m が更に好ましい。140 N / m ～ 160 N / m が最も好ましい。

【0222】

延伸する際は、本発明のフィルムのガラス転移温度を T_g とすると $(T_g - 30) \sim (T_g + 100)$ 、より好ましくは $(T_g - 20) \sim (T_g + 80)$ の範囲内で加熱して MD 方向或いは TD 方向に延伸することが好ましい。

【0223】

光学フィルムの T_g は、フィルムを構成する材料種及び構成する材料の比率によって制御することができる。本発明の用途においてはフィルムの乾燥時の T_g は 110 以上が好ましく、更に 120 以上が好ましい。これは液晶表示装置に本発明の光学フィルムを用いた場合、該フィルムの T_g が上記よりも低いと、使用環境の温度や湿度、バックライトの熱による影響によって、フィルム内部に固定された分子の配向状態に影響を与え、リターデーション値及びフィルムとしての寸法安定性や形状に大きな変化を与える可能性が高くなる。また、フィルムの形状を保持できなくなることがある。逆に該フィルムの T_g が高過ぎると、フィルム構成材料の分解温度に近づくため製造しにくくなり、フィルム化するとき用いる材料自身の分解によって揮発成分の存在や着色を呈することがある。従ってガラス転移温度は 180 以下、より好ましくは 150 以下であることが好ましい。このとき、フィルムの T_g は JIS K 7121 に記載の方法などによって求めることができる。

【0224】

本発明では、延伸する際の温度は特に制限されるものではないが、150 以上にすると更にヘイズ安定性が向上する為好ましい。

【0225】

光学フィルムは延伸後、熱固定されることが好ましいが、熱固定はその最終 TD 方向延伸温度より高温で、 $T_g - 20$ 以下の温度範囲内で通常 0.5 ～ 300 秒間熱固定することが好ましい。この際、2 つ以上に分割された領域で温度差が 1 ～ 100 となる範囲で順次昇温しながら熱固定することが好ましい。

【0226】

熱固定されたフィルムは通常 T_g 以下まで冷却され、フィルム両端のクリップ把持部分をカットし巻き取られる。この際、最終熱固定温度以下、 T_g 以上の温度範囲内で、TD 方向及び / または MD 方向に 0.1 ～ 10 % 弛緩処理することが好ましい。また冷却は、最終熱固定温度から T_g までを、毎秒 100 以下の冷却速度で徐冷することが好ましい。冷却、弛緩処理する手段は特に限定はなく、従来公知の手段で行えるが、特に複数の温度領域で順次冷却しながらこれらの処理を行うことがフィルムの寸法安定性向上の点で好ましい。尚、冷却速度は、最終熱固定温度を T_1 、フィルムが最終熱固定温度から T_g に達するまでの時間を t とした時、 $(T_1 - T_g) / t$ で求めた値である。

10

20

30

40

50

【0227】

これら熱固定条件、冷却、弛緩処理条件のより最適な条件は、フィルムを構成するセルロースエステルや本発明に係る化合物、更に可塑剤等の添加剤種により異なるので、得られた延伸フィルムの物性を測定し、好ましい特性を有するように適宜調整することにより決定すればよい。

【0228】

本発明の光学フィルムの遅相軸または進相軸がフィルム面内に存在し、製膜方向とのなす角を $\theta 1$ とすると $\theta 1$ は -1° 以上 $+1^{\circ}$ 以下であることが好ましく、 -0.5° 以上 $+0.5^{\circ}$ 以下であることがより好ましい。この $\theta 1$ は配向角として定義でき、 $\theta 1$ の測定は、自動複屈折計KOBRA-21ADH（王子計測機器）を用いて行うことができる。10
 $\theta 1$ が各々上記関係を満たすことは、表示画像において高い輝度を得ること、光漏れを抑制または防止することに寄与でき、カラー液晶表示装置においては忠実な色再現を得ることに寄与できる。

【0229】

物性

本発明の光学フィルムの透湿度は、 40 、 $90\%RH$ で $10 \sim 1200 g/m^2 \cdot 24h$ が好ましく、更に $20 \sim 1000 g/m^2 \cdot 24h$ が好ましく、 $20 \sim 850 g/m^2 \cdot 24h$ が特に好ましい。透湿度はJIS Z 0208に記載の方法に従い測定することができる。

【0230】

本発明に係る光学フィルムの可視光透過率は 90% 以上であることが好ましく、 93% 以上であることが更に好ましい。

【0231】

本発明に係る光学フィルムのヘイズは 1% 未満であることが好ましく $0 \sim 0.1\%$ であることが特に好ましい。

【0232】

《偏光板》

本発明の偏光板、それを用いた液晶表示装置について説明する。

【0233】

本発明の偏光板は、本発明の光学フィルムを偏光子の少なくとも一方の面に有する偏光板である。

【0234】

偏光板は一般的な方法で作製することができる。本発明の光学フィルムの偏光子側をアルカリ鹼化処理し、沃素溶液中に浸漬延伸して作製した偏光子の少なくとも一方の面に、完全鹼化型ポリビニルアルコール水溶液を用いて貼り合わせることが好ましい。もう一方の面には該光学フィルムを用いても、また別の光学フィルムを用いてもよい。市販のセルロースエステルフィルム（例えば、コニカミノルタタック KC8UX、KC4UX、KC5UX、KC8UY、KC4UY、KC12UR、KC8UCR-3、KC8UCR-4、KC8UCR-5、KC4FR-1、KC8UY-HA、KC8UX-RHA、以上コニカミノルタオプト（株）製）も好ましく用いられる。

【0235】

更に、本発明の光学フィルムを光学フィルムAとしたとき、液晶セルを介して反対側の偏光板に用いられる光学フィルムを光学フィルムBとした時、該光学フィルムBは波長 $590nm$ で測定した面内リターデーション R_o が $20 \sim 100nm$ 、 $R_t = 70 \sim 300nm$ の位相差機能を有する光学フィルムであることが好ましい。

【0236】

光学フィルムBについては特に限定されるものではなく、これらは例えば、特開2005-196149号、特開2005-275104号記載の方法で作製することができる。また、ディスコチック液晶などの液晶化合物を配向させて形成した光学異方層を有している光学補償フィルムを兼ねる光学フィルムを用いることも好ましい。例えば、特開20

10

20

30

40

50

05-275083号記載の方法で光学異方性層を形成することができる。上記光学フィルムBは、本発明の光学フィルムAと組み合わせて使用することによって、安定した視野角拡大効果を有する偏光板、及び液晶表示装置を得ることができる。

【0237】

偏光板の主たる構成要素である偏光子とは、一定方向の偏波面の光だけを通す素子であり、現在知られている代表的な偏光子は、ポリビニルアルコール系偏光フィルムで、これはポリビニルアルコール系フィルムにヨウ素を染色させたものと二色性染料を染色させたものがある。偏光子は、ポリビニルアルコール水溶液を製膜し、これを一軸延伸させて染色するか、染色した後一軸延伸してから、好ましくはホウ素化合物で耐久性処理を行ったものが用いられている。偏光子の膜厚は5～30 μm が好ましく、特に10～20 μm であることが好ましい。

10

【0238】

また、特開2003-248123号公報、特開2003-342322号公報等に記載のエチレン単位の含有量1～4モル%、重合度2000～4000、けん化度99.0～99.99モル%のエチレン変性ポリビニルアルコールも好ましく用いられる。中でも熱水切断温度が66～73であるエチレン変性ポリビニルアルコールフィルムが好ましく用いられる。又、フィルムのTD方向に5cm離れた二点間の熱水切断温度の差が1以下であることが、色斑を低減させるうえで更に好ましく、更にフィルムのTD方向に1cm離れた二点間の熱水切断温度の差が0.5以下であることが、色斑を低減させるうえで更に好ましい。

20

【0239】

このエチレン変性ポリビニルアルコールフィルムを用いた偏光子は、偏光性能及び耐久性に優れているうえに、色斑が少なく、大型液晶表示装置に特に好ましく用いられる。

【0240】

以上のようにして得られた偏光子は、一般にその両面または片面に保護フィルムが貼合されて偏光板として使用されるが、貼合する際に用いられる接着剤としては、PVA系の接着剤やウレタン系の接着剤などを挙げることができるが、中でもPVA系の接着剤が好ましく用いられる。

【0241】

(液晶表示装置)

30

本発明の偏光板を表示装置に組み込むことによって、種々の視認性に優れた本発明の液晶表示装置を作製することができる。特にVA型(MVA型、PVA型)の液晶表示装置で好ましく適用される。

【0242】

本発明の偏光板を用いた液晶表示装置は、特にマルチドメイン型の液晶表示装置、より好ましくは複屈折モードによってマルチドメイン型の液晶表示装置に使用することが本発明の効果をより発揮することができる。

【0243】

マルチドメイン化とは、1画素を構成する液晶セルを更に複数に分割する方式であり、視野角依存性の改善・画像表示の対称性の向上にも適しており、種々の方式が報告されている「置田、山内：液晶，6(3)，303(2002)」。「山田、山原：液晶，7(2)，184(2003)」にも示されており、これらに限定される訳ではない。

40

【0244】

表示セルの表示品質は、人の観察において左右対称であることが好ましい。従って、表示セルが液晶表示セルである場合、実質的に観察側の対称性を優先してドメインをマルチ化することができる。ドメインの分割は、公知の方法を採用することができ、2分割法、より好ましくは4分割法によって、公知の液晶モードの性質を考慮して決定できる。

【0245】

本発明の偏光板は垂直配向モードに代表されるMVA(Multi-domain V

50

vertical Alignment) モード、特に 4 分割された MVA モード、電極配置によってマルチドメイン化された公知の PVA (Patterned Vertical Alignment) モードに効果的に用いることができる。

【0246】

特に本発明の光学フィルムを用いた偏光板は大画面の液晶表示装置に使用した場合に優れた正面コントラスト性を付与することができる。

【0247】

画面が 17 型以上、特に画面が 30 型以上の大画面の液晶表示装置では、本発明の効果以外にも、色ムラや波打ちムラ等の歪みがないため、長時間の鑑賞でも目が疲れないという効果があった。

10

【実施例】

【0248】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0249】

実施例 1

(メタ) アクリル系共重合体の合成

(AC1 ~ 5 の合成)

攪拌機、2 個の滴下ロート、ガス導入管及び温度計の付いたガラスフラスコに、表 1 記載の種類及び比率のモノマー混合液 40 g、連鎖移動剤のメルカプトプロピオン酸 3.0 g 及びトルエン 30 g を仕込み、90 に昇温した。その後、一方の滴下ロートから、表 1 記載の種類及び比率のモノマー混合液 60 g を 3 時間かけて滴下すると共に、同時にもう一方のロートからトルエン 14 g に溶解したアゾビスイソブチロニトリル 0.6 g を 3 時間かけて滴下した。その後更に、トルエン 56 g に溶解したアゾビスイソブチロニトリル 0.6 g を 2 時間かけて滴下した後、更に 2 時間反応を継続させ、(メタ) アクリル系共重合体 AC1 を得た。次いで、AC1 の合成において、連鎖移動剤のメルカプトプロピオン酸の添加量を変えて同様の合成を行い、(メタ) アクリル系共重合体 AC2 ~ 5 を得た。

20

【0250】

該 AC1 ~ 5 の重量平均分子量は下記測定法により測定し表 1 に示した。

30

【0251】

表 1 記載の、MMA、HEMA、及び HEA はそれぞれ以下の化合物の略称である。

【0252】

MMA : メタクリル酸メチル

HEMA : 2 - ヒドロキシエチルメタクリレート

HEA : β - ヒドロキシエチルアクリレート

(分子量測定)

重量平均分子量の測定は、高速液体クロマトグラフィーを用いて測定した。

【0253】

測定条件は以下の通りである。

40

【0254】

溶媒 : メチレンクロライド

カラム : Shodex K806, K805, K803G (昭和電工(株)製を 3 本接続して使用した)

カラム温度 : 25

試料濃度 : 0.1 質量%

検出器 : RI Model 504 (GLサイエンス社製)

ポンプ : L6000 (日立製作所(株)製)

流量 : 1.0 ml/min

校正曲線 : 標準ポリスチレン STK standard ポリスチレン (東ソー(株)

50

製) $M_w = 1000000 \sim 500000$ の 13 サンプルによる校正曲線を使用した。13 サンプルは、ほぼ等間隔に用いる。

【0255】

【表1】

—(Xa)_m—(Xb)_n—(Xc)_p—

化合物名	Xa	m	Xb	n	Xc	p	Mw
AC1	MMA	90	HEA	10	—	0	2000
AC2	MMA	85	HEA	15	—	0	8000
AC3	MMA	85	HEA	15	—	0	12000
AC4	MMA	80	HEMA	20	—	0	8000
AC5	MMA	90	HEMA	10	—	0	8000

10

【0256】

< 光学フィルムの作製 >

光学フィルム101の作製

図1に実施例に用いたセルロースエステルフィルムの製造装置のフローシートを示す。

20

【0257】

(二酸化珪素分散液)

アエロジル972V (日本アエロジル(株)製)

10 質量部

(一次粒子の平均径16nm、見掛け比重90g/リットル)

エタノール

90 質量部

以上をディゾルバーで30分間攪拌混合した後、マントンゴーリンで分散を行った。二酸化珪素分散液に88質量部のメチレンクロライドを攪拌しながら投入し、ディゾルバーで30分間攪拌混合し、二酸化珪素分散希釈液を作製した。図1における微粒子分散希釈液濾過器14 (アドバンテック東洋(株): ポリプロピレンワインドカートリッジフィルターTCW-PPS-1N) で濾過した。

30

【0258】

(インライン添加液の作製)

チヌピン928 (チバ・ジャパン(株)製)

15 質量部

メチレンクロライド

100 質量部

以上を密閉容器に投入し、加熱し、攪拌しながら、完全に溶解し、濾過した。

【0259】

これに二酸化珪素分散希釈液を36質量部、攪拌しながら加えて、更に30分間攪拌した後、下記セルローストリアセテート6質量部を攪拌しながら加えて、更に60分間攪拌した後、インライン添加液送液濾過器8 (日本精線(株)製のファインメットNF) でインライン添加液を濾過した。公称濾過精度は20μmの濾材を使用した。

40

【0260】

(ドープ組成物)

セルロースエステルA (リンター綿から合成されたセルローストリアセテート、アセチル基置換度2.92、 $M_w = 290000$)

100 質量部

添加剤AC1 ((メタ)アクリル系共重合体)

10 質量部

メチレンクロライド

430 質量部

エタノール

40 質量部

以上を密閉容器に投入し、加熱し、攪拌しながら、完全に溶解し、安積濾紙(株)製の安積濾紙No. 24を使用して濾過し、ドープ液を調製した。

【0261】

50

次に、インライン添加液送液濾過器 8（日本精線（株）製のファインメット NF）でインライン添加液を濾過した。公称濾過精度は $20\text{ }\mu\text{m}$ の濾材を使用した。濾過したドープを 100 質量部に対し、濾過したインライン添加液を 2.5 質量部加えて、インラインミキサー 10（東レ静止型管内混合機 Hi-Mixer、SWJ）で十分混合し、次いで、ベルト流延装置を用い、温度 35°C 、 2.0 m 幅でステンレスバンド支持体 101 に均一に流延した。ステンレスバンド支持体 101 で、残留溶剂量が 100% になるまで溶剤を蒸発させ、ステンレスバンド支持体 101 上から剥離した。剥離したセルロースエステルフィルムのウェブを 35°C で溶剤を蒸発させ、 1.80 m 幅にスリットし、その後、テンターで TD 方向（フィルムの搬送方向と直交する方向）に 1.4 倍に延伸しながら、 135°C の乾燥温度で乾燥させた。このときテンターで延伸を始めたときの残留溶剂量は 20% であった。また、TD 延伸時の最大応力は 10 MPa であった。その後、 120°C の乾燥装置 105 内を多数のロールで搬送させながら 15 分間乾燥させた後、 1.7 m 幅にスリットし、フィルム両端に幅 15 mm 、高さ $10\text{ }\mu\text{m}$ のナーリング加工を施し、巻芯に巻き取り、光学フィルム 101 を得た。光学フィルムの残留溶剂量は 0.2% であり、膜厚は $80\text{ }\mu\text{m}$ 、巻数は 6000 m であった。

【0262】

尚、ステンレスバンド支持体の回転速度とテンターの運転速度から算出される MD 方向の延伸倍率は 1.1 倍であった。

【0263】

光学フィルム 102 ~ 125 の作製

セルロースエステルの種類、添加剤の種類、延伸条件、製品幅を各々表 2 記載のように変化させた以外は、光学フィルム 101 と同様にして、光学フィルム 102 ~ 125 を作製した。

【0264】

光学フィルム 101 ~ 125 に使用した素材は以下の通りである。

【0265】

セルロースエステル B：下記セルロースアセテートプロピオネート

セルロースアセテートプロピオネートの合成

攪拌装置及び冷却装置を付けた反応容器に、セルロース（リントー）80 質量部、酢酸 33 質量部を取り、 60°C で 4 時間処理してセルロースを活性化した。無水酢酸 33 質量部、プロピオン酸 51.8 質量部、プロピオン酸無水物 53.6 質量部、硫酸 4 質量部を混合し、 -20°C に冷却してから反応容器に添加した。

【0266】

反応の最高温度が 35°C になるようにエステル化を実施し、反応液の粘度が 840 cP となった時点を反応の終点とした。終点での反応混合物の温度は 15°C になるように調節した。水 133 質量部、酢酸 133 質量部の混合物を -5°C に冷却した反応停止剤を、反応混合物の温度が 23°C を超えないように添加した。

【0267】

反応混合物の温度を 60°C とし、2 時間攪拌して部分加水分解を行った。酢酸水溶液と混合することにより得られた高分子化合物の再沈殿を実施し、 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ の温水での洗浄を繰り返した。脱液の後、0.001 質量% の水酸化カルシウム水溶液に浸漬し、30 分攪拌を行った後に再度脱液を行った。 70°C で乾燥を行い、セルロースアセテートプロピオネートを得た。

【0268】

得られたセルロースアセテートプロピオネートは、アセチル基置換度 1.40、プロピオニル基置換度 2.40、総アシル基置換度 2.80、 $\text{MW} = 125900$ であった。

【0269】

セルロースエステル C：下記セルロースアセテートプロピオネート

上記セルロースアセテートプロピオネートの合成処方を変更し、アセチル基置換度 0.50、プロピオニル基置換度 2.30、総アシル基置換度 2.80、 $\text{MW} = 186000$

のセルロースアセテートプロピオネートを合成した。

【0270】

セルロースエステルD：下記セルロースアセテートブチレート

セルロースアセテートブチレートの合成

攪拌装置及び冷却装置を付けた反応容器に、セルロース（木材パルプ）200質量部、酢酸100質量部を取り、60℃で4時間処理することによりセルロースを活性化した。酢酸161質量部、無水酢酸449質量部、酪酸742質量部、酪酸無水物1349質量部、硫酸14質量部を混合し、-20℃に冷却してから反応容器に添加した。

【0271】

反応の最高温度が30℃になるようにエステル化を実施し、反応液の粘度が1050 cPとなった時点を反応の終点とした。終点での反応混合物の温度は10℃になるように調節した。水297質量部、酢酸558質量部の混合物を-5℃に冷却した反応停止剤を、反応混合物の温度が23℃を超えないように添加した。

【0272】

反応混合物の温度を60℃とし、2時間30分攪拌して部分加水分解を行った。酢酸水溶液と混合することにより得られた高分子化合物の再沈殿を実施し、70～80℃の温水での洗浄を繰り返した。脱液の後、0.002質量%の水酸化カルシウム水溶液に浸漬し、30分攪拌を行った後に再度脱液を行った。70℃で乾燥を行い、セルロースアセテートブチレートを得た。

【0273】

得られたセルロースアセテートブチレートは、アセチル基置換度1.51、ブチリル置換度1.19、総アシル置換度2.70、MW=139000であった。

【0274】

A s S c：糖エステル化合物、例示化合物1

B z S c：糖エステル化合物、例示化合物3

P：トリメチロールプロパントリベンゾエート

E P E G：エチルフタリルエチルグリコレート

【0275】

10

20

【表 2】

光学 フィルム No.	セルロースエステル1			セルロースエステル2			セルロース エステル基 置換度平均		添加剤1		添加剤2		T g °C	延伸条件			TD延伸時 最大応力 (MPa)	製品幅 (m)
	種類	アセチル基 置換度	質量比	種類	アセチル基 置換度	質量比	アセチル基 置換度平均		種類	質量部	種類	質量部		温度 (°C)	MD倍率	TD倍率		
101	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC1	10	—	—	176	175	1.1	1.4	10	1.7
102	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC1	10	—	—	176	135	1.1	1.1	15	2.0
103	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC1	10	—	—	176	165	1.1	1.1	19	2.0
104	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC2	10	—	—	176	175	1.1	1.4	10	1.7
105	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC3	10	—	—	176	175	1.1	1.4	10	1.7
106	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC4	5	EPG	5.5	176	175	1.1	1.4	10	1.7
107	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC5	5	EPG	5.5	176	175	1.1	1.4	10	1.7
108	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AC5	5	BzSc	5	176	175	1.1	1.4	10	1.7
109	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	175	1.2	1.5	10	2.3
110	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	175	1.1	1.5	10	2.3
111	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	185	1.1	1.5	5	2.3
112	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	185	1.1	2.0	7	3.0
113	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	200	1.1	1.5	1	2.3
114	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	200	1.1	2.0	1	3.0
115	A	2.92	100	—	—	—	2.9		AzSc	10	—	—	176	200	1.1	2.0	1	3.0
116	A	2.92	50	B	1.4	50	2.2		BzSc	10	—	—	165	190	1.1	2.0	1	3.0
117	A	2.92	30	B	1.4	70	1.9		BzSc	10	—	—	155	180	1.1	2.0	1	3.0
118	A	2.92	100	—	—	—	2.9		P	5	EPG	5.5	154	135	1.1	1.5	15	2.3
119	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	135	1.1	なし	なし	2.0
120	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	135	1.1	1.5	35	2.3
121	A	2.92	100	—	—	—	2.9		BzSc	10	—	—	176	155	1.1	1.5	25	2.3
122	A	2.92	15	B	1.4	85	1.6		BzSc	10	—	—	145	170	1.1	2.0	1	3.0
123	—	—	—	C	0.50	100	0.5		BzSc	10	—	—	145	170	1.1	2.0	1	3.0
124	—	—	—	D	1.51	100	1.51		BzSc	10	—	—	145	170	1.1	2.0	1	3.0
125	—	—	—	B	1.4	100	1.4		BzSc	10	—	—	145	170	1.1	2.0	1	3.0

P : トリメチロールプロパントリベンゾエート
 E P E G : エチルフタルエチルグリコレート

【0276】

得られた光学フィルム101～125について以下の評価を実施した。

10

20

30

40

50

【 0 2 7 7 】

《 評 価 》

弾性率の測定

フィルム搬送方向（MD方向）、搬送方向と直交する方向（TD方向）の両方向弾性率を、ISO 527-3に準じて東洋精機製作所（株）製の引張試験機を用いて、23、55%RHで引張試験を行い10%歪みの強度データから求めた。

【 0 2 7 8 】

例えば、光学フィルム101のMD方向の弾性率は3.6GPa、TD方向の弾性率は3.9GPaであり、TD方向の弾性率/MD方向の弾性率は1.08であった。

【 0 2 7 9 】

破断点伸度

23、55%RHの条件下で、フィルム搬送方向と直交する方向（TD方向）、及び搬送方向（MD方向）において、JIS K 7127に記載の方法に従い、試料幅を10mm、長さ130mmに切り出し、任意温度でチャック間距離100mmにし、引っ張り速度100mm/分で引っ張り試験を行い求めた。破断点伸度は、株）エー・アンド・ディ テンシロン万能試験機 RTFシリーズを用いた。

【 0 2 8 0 】

引き裂き強度の測定方法

23、55%RHの条件下で、フィルム搬送方向（MD方向）、搬送方向と直交する方向（TD方向）の両方向において、エレメンドルフ法の引き裂き荷重をJIS K 7128-1991に従い東洋精機（株）製の軽荷重引き裂き装置で引き裂き強度を測定した。

【 0 2 8 1 】

ヘイズ

ヘイズ計（1001DP型、日本電色工業（株）製）を用いて測定した結果から、試料の厚さが80μmの場合のヘイズの値に換算した。

【 0 2 8 2 】

スリット性

フィルム搬送方向（MD方向）、搬送方向と直交する方向（TD方向）の両方向において、カッターでスリットし、スリット部分を上から光学顕微鏡で観察し、MD方向、TD方向のより悪い方を、図2のスリット部分の観察結果見本に従い、○、○、×で評価した。

【 0 2 8 3 】

以上の結果を表3に示した。

【 0 2 8 4 】

10

20

30

【表 3】

光学 フィルムNo.	破断点伸度(%)		引裂強度(mN)		弾性率(GPa)			ヘイズ (%)	スリット性	備 考
	MD	TD	MD	TD	MD	TD	MD/TD			
101	10	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
102	18	18	90	90	4.1	4.1	1.00	0.3	△	本発明
103	18	18	50	43	4.1	4.2	1.02	0.3	△	本発明
104	15	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
105	15	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
106	15	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
107	15	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
108	15	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
109	18	20	65	70	3.7	3.8	1.03	0.2	○	本発明
110	10	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
111	10	10	70	65	3.6	3.7	1.03	0.2	○	本発明
112	10	10	60	55	3.6	3.9	1.08	0.3	○△	本発明
113	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.1	○	本発明
114	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.1	○	本発明
115	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.1	○	本発明
116	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.2	○	本発明
117	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.3	○	本発明
118	7	6	50	43	3.5	4.5	1.29	0.8	×	比較例
119	8	8	90	100	3.9	3.4	0.87	0.5	△	比較例
120	4	2	32	27	3.6	4.5	1.25	0.6	×	比較例
121	6	4	41	31	3.6	4.2	1.17	0.5	×	比較例
122	10	10	100	100	3.6	3.6	1.00	0.8	△	比較例
123	13	13	80	80	2.7	3.1	1.15	1.0	△	比較例
124	13	13	80	80	2.6	2.9	1.12	1.0	△	比較例
125	10	10	90	90	2.8	3.1	1.11	0.7	△	比較例

【0285】

表3より、本発明の光学フィルム101～117はヘイズ、スリット適性に優れていることが分かる。

【0286】

実施例2

偏光板の作製

上記作製した光学フィルム101～125を、40℃の2.5mol/L水酸化ナトリウム水溶液で60秒間アルカリ処理し、3分間水洗して鹸化処理し、アルカリ処理フィルムを得た。

【0287】

次いで、厚さ120μmのポリビニルアルコールフィルムを、一軸延伸(温度110℃、延伸倍率5倍)した。これをヨウ素0.075g、ヨウ化カリウム5g、水100gからなる水溶液に60秒間浸漬し、次いでヨウ化カリウム6g、ホウ酸7.5g、水100gからなる68℃の水溶液に浸漬した。これを水洗、乾燥し3.0m幅の偏光子を得た。

【0288】

次に下記作製した光学補償フィルム201を上記の方法で鹸化処理し、完全鹸化型ポリビニルアルコール5%水溶液を粘着剤として、光学フィルム101～125、偏光子、光学補償フィルム201の順で積層して視認側の偏光板101～125を作製した。

【 0 2 8 9 】

(光学補償フィルム 2 0 1 の作製)

微粒子分散液

微粒子 (アエロジル R 9 7 2 V 日本アエロジル (株) 製) 1 1 質量部
 エタノール 8 9 質量部

以上をディゾルバーで 5 0 分間攪拌混合した後、マントンゴーリンで分散を行った。

【 0 2 9 0 】

インライン添加液

メチレンクロライドを入れた溶解タンクに下記セルロースアセテートプロピオネートを
 添加し、加熱して完全に溶解させた後、これを安積濾紙 (株) 製の安積濾紙 N o . 2 4 4 10
 を使用して濾過した。

【 0 2 9 1 】

濾過後のセルロースエステル溶液を十分に攪拌しながら、ここに微粒子分散液をゆっく
 りと添加した。更に、二次粒子の粒径が所定の大きさとなるようにアトライターにて分散
 を行った。これを日本精線 (株) 製のファインメット N F で濾過し、インライン添加液を
 調製した。

【 0 2 9 2 】

メチレンクロライド 9 9 質量部

セルロースアセテートプロピオネート (アセチル基置換度 1 . 9 0 、プロピオニル基置
 換度 0 . 8 0 、総アシル基置換度 2 . 7 0) 4 質量部 20

微粒子分散液 1 1 質量部

下記組成の主ドープ液を調製した。まず加圧溶解タンクにメチレンクロライドとエタノ
 ールを添加した。溶剤の入った加圧溶解タンクにセルロースアセテートプロピオネートを
 攪拌しながら投入した。これを加熱し、攪拌しながら、完全に溶解し。これを安積濾紙 (株)
 製の安積濾紙 N o . 2 4 4 を使用して濾過し、主ドープ液を調製した。

【 0 2 9 3 】

主ドープ液の組成

メチレンクロライド 3 8 0 質量部

エタノール 7 0 質量部

セルロースアセテートプロピオネート (アセチル基置換度 1 . 9 0 、プロピオニル基置
 換度 0 . 8 0 、総アシル基置換度 2 . 7 0) 1 0 0 質量部 30

トリメチロールプロパントリベンゾエート 5 . 5 質量部

エチルフタリルエチルグリコレート 5 . 5 質量部

以上を密閉容器に投入し、加熱し、攪拌しながら、完全に溶解し、安積濾紙 (株) 製の
 安積濾紙 N o . 2 4 を使用して濾過し、ドープ液を調製した。

【 0 2 9 4 】

製膜ライン中で日本精線 (株) 製のファインメット N F でドープ液を濾過した。インラ
 イン添加液ライン中で、日本精線 (株) 製のファインメット N F でインライン添加液を濾
 過した。濾過したドープ液を 1 0 0 質量部に対し、濾過したインライン添加液を 2 質量部
 加えて、インラインミキサー (東レ静止型管内混合機 H i - M i x e r 、 S W J) で十分
 混合し、次いで、ベルト流延装置を用い、温度 3 5 、 2 . 0 m 幅でステンレスバンド
 支持体に均一に流延した。ステンレスバンド支持体で、残留溶剤量が 1 2 0 % になるまで
 溶媒を蒸発させ、ステンレスバンド支持体上から剥離した。剥離したセルロースエステルの
 ウェブを 5 0 で溶媒を蒸発させ、 1 . 9 m 幅にスリットし、その後、テンターで T D
 方向 (フィルムの搬送方向と直交する方向) に、 1 6 0 で 1 . 7 倍の延伸倍率で延伸し
 た。 1 2 0 の乾燥ゾーンを多数のロールで搬送させながら乾燥を終了させ、 3 . 0 m 幅
 にスリットし、フィルム両端に幅 1 5 m m 、平均高さ 1 0 μ m のナーリング加工を施し、
 平均膜厚が 4 0 μ m の光学補償フィルム 2 0 1 を作製した。フィルム巻き取り長は 5 0 0
 0 m とした。

【 0 2 9 5 】

光学補償フィルム 201 のリターデーションは下記測定により $R_o = 60 \text{ nm}$ 、 $R_t = 130 \text{ nm}$ であった。

【0296】

リターデーションの測定

KOBR A - 21ADH (王子計測機器(株))を用いて、23%RH、55%RHの環境下で、波長が590nm測定し下記式より求めた。

【0297】

式(i) $R_o = (n_x - n_y) \times d$

式(ii) $R_t = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d$

(式中、 R_o はフィルム面内リターデーション値、 R_t はフィルム厚み方向リターデーション値、 n_x はフィルム面内の遅相軸方向の屈折率、 n_y はフィルム面内の進相軸方向の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚さ(nm)を表す。)

因みに、光学フィルム101~125は、すべて $R_o = 5 \text{ nm}$ 、 -10 nm 、 $R_t = 10 \text{ nm}$ の範囲にあった。

【0298】

(液晶表示装置の作製)

視野角測定を行う液晶パネルを以下のようにして作製し、液晶表示装置としての特性を評価した。

【0299】

VAモード型液晶表示装置であるSONY製40型ディスプレイKL V - 40 J 3000の予め貼合されていた視認側の偏光板を剥がして、偏光板の吸収軸が一致するように上記作製した偏光板101~125を液晶セルのガラス面に貼合しVAモード型液晶表示装置を作製した。その際、光学補償フィルム201が液晶セル側になるように貼合した。

【0300】

《評価》

寸法変化

上記作製した偏光板を10cm×10cmにカットし、80%RH、90%RHの環境下で300時間置く。その後、MD方向、TD方向の寸法を測定し、初期(10cm×10cm)からの変化率を算出する。

【0301】

反り

上記80%RH、90%RHの環境下で300時間置いた試料を、光学フィルム101~125が下になるように平面上に起き、4点の平面からの浮いている高さを測定して平均値を算出し反りの指標とする。

【0302】

色ムラ

上記作製した液晶表示装置を暗室で黒表示し、画面の色(黒)の均一性を官能評価する。

【0303】

：色ムラが全く見られない

○：やや色ムラがあるが実用上許容内

：色ムラが見られ気になる

×：色ムラが明らかに観察される

液晶表示装置の正面コントラスト評価

正面コントラストの評価にはELDIM社製EZ-contrastを用い、フィルム面法線方向の黒表示及び白表示時の透過光量を測定した。正面コントラストの評価は正面コントラスト = (白表示時の透過光量) / (黒表示時の透過光量) を算出した。

【0304】

10

20

30

40

【表 4】

液晶表示装置 No.	偏光板 No.	光学フィルム o.	寸法変化(%)		反り (mm)	ムラ	正面 コントラスト	備 考
			M D	T D				
101	101	101	0.3	-0.3	2	○	1200	本発明
102	102	102	-0.4	-0.4	3	△	1200	本発明
103	103	103	0.3	-0.4	3	△	1200	本発明
104	104	104	0.3	-0.3	1	○	1200	本発明
105	105	105	0.2	-0.3	1	○	1200	本発明
106	106	106	0.0	0.0	0	◎	1200	本発明
107	107	107	0.0	0.0	0	◎	1200	本発明
108	108	108	0.0	0.0	0	◎	1200	本発明
109	109	109	0.0	0.0	0	◎	1300	本発明
110	110	110	0.2	-0.3	2	○	1200	本発明
111	111	111	0.3	-0.3	1	○	1300	本発明
112	112	112	0.0	0.0	0	◎	1300	本発明
113	113	113	0.0	0.0	0	◎	1300	本発明
114	114	114	0.0	0.0	0	◎	1300	本発明
115	115	115	0.0	0.0	0	◎	1300	本発明
116	116	116	0.0	-0.1	1	◎	1300	本発明
117	117	117	0.0	-0.2	1	○	1200	本発明
118	118	118	0.7	0.6	5	×	800	比較例
119	119	119	0.3	-1.0	5	×	1000	比較例
120	120	120	-1.0	0.2	4	×	1000	比較例
121	121	121	0.2	-1.1	6	×	1000	比較例
122	122	122	0.2	-0.9	7	×	1000	比較例
123	123	123	0.8	0.5	7	×	800	比較例
124	124	124	0.9	0.5	5	×	900	比較例
125	125	125	0.7	0.5	4	×	1000	比較例

【0305】

表 4 より、本発明の光学フィルム 101 ~ 117 を用いた偏光板、液晶表示装置は、寸法変化、反りが小さく、また色ムラの発生がなく、正面コントラストに優れた偏光板、液晶表示装置であることが分かる。

【図面の簡単な説明】

【0306】

【図 1】本発明のセルロース樹脂フィルムの製造方法を示すフローシートである。

【図 2】スリット適性を評価する観察結果見本である。

【符号の説明】

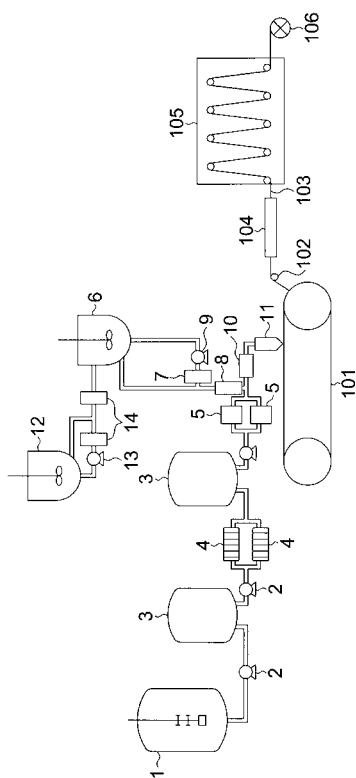
【0307】

- 1 主ドープ仕込み釜
- 2 ドープ送液ポンプ
- 3 ドープ静置釜
- 4 主濾過器
- 5 ドープ濾過器

- 6 インライン添加液釜
- 7 インライン添加液循環濾過器
- 8 インライン添加液送液濾過器
- 9 インライン添加液送液ポンプ
- 10 スタティックミキサー
- 101 ステンレスバンド
- 102 剥離ロール
- 103 フィルム
- 104 テンター・乾燥装置
- 105 ロール搬送・乾燥装置
- 106 フィルム巻き取り装置

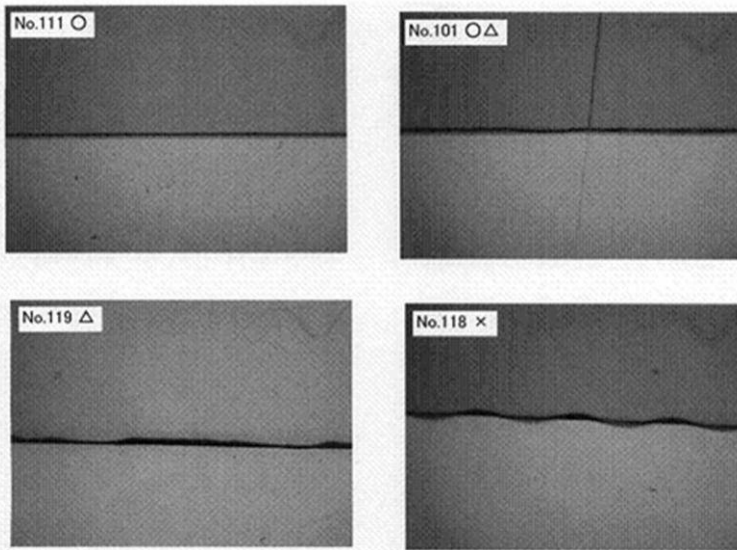
10

【図 1】



【 図 2 】

スリット部分の観察結果



フロントページの続き

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 8 K 5/1545 (2006.01)	C 0 8 K 5/1545	
G 0 2 B 5/30 (2006.01)	G 0 2 B 5/30	

F ターム(参考) 2H149 AA02 AB01 AB18 BA02 CA02 CB11 EA22 FA02X FA02Y FA03W
FA08X FA63 FD05 FD06 FD24 FD31 FD35 FD48
4F071 AA08 AA09 AA31 AC10 AC19 AF10 AF16 AF20 AF21 AF30
AH19 BA02 BB02 BB07 BC01 BC02
4J002 AB02W AB02X AB05X BG04X BG05X EL056 EL086 GP00