

(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2010-134232
(P2010-134232A)

(43) 公開日 平成22年6月17日(2010.6.17)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
G02B 5/30 (2006.01)	G02B 5/30	2 H 1 4 9
G02F 1/13363 (2006.01)	G02F 1/13363	2 H 1 9 1
G02F 1/1335 (2006.01)	G02F 1/1335 5 1 O	4 F 0 7 1
C08J 5/18 (2006.01)	C08J 5/18 C F D	4 J 0 2 9
C08G 64/16 (2006.01)	C08G 64/16	

審査請求 未請求 請求項の数 20 O L (全 44 頁)

(21) 出願番号	特願2008-310734 (P2008-310734)	(71) 出願人	000215888 帝人化成株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号
(22) 出願日	平成20年12月5日 (2008.12.5)	(74) 代理人	100099678 弁理士 三原 秀子
		(72) 発明者	本吉 哲也 東京都千代田区霞が関3丁目2番1号 帝人化成株式会社内
		(72) 発明者	安藤 正寿 東京都千代田区霞が関3丁目2番1号 帝人化成株式会社内
		(72) 発明者	西嶋 明子 東京都千代田区霞が関3丁目2番1号 帝人化成株式会社内

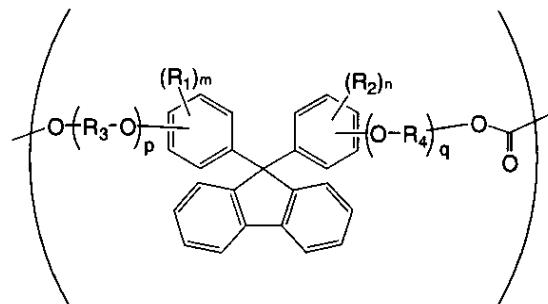
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】光学フィルム

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】所望の波長分散特性をもち、光弾性が低く、溶融加工性に優れたポリカーボネート共重合体樹脂からなる光学フィルムを提供する。

【解決手段】下記式



10

[式中、R₁ および R₂ は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃ および R₄ は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基]で表される単位 (A) およびエーテルジオール由来の単位 (B)とのモル比 (A / B) が 25 / 75 以上 90 / 10 以下のポリカーボネート共重合体からなり、波長 450 nm、550 nm、650 nm におけるフィルム面内の位相差値は R (450) < R (550) < R (650) を示す。

【選択図】なし

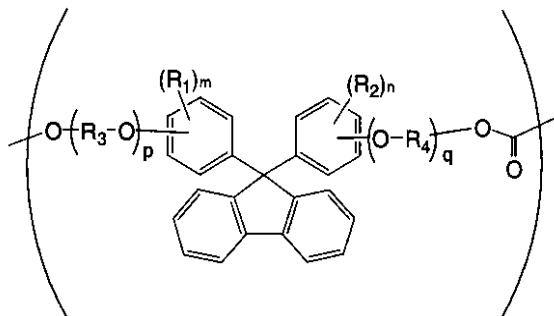
20

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記式

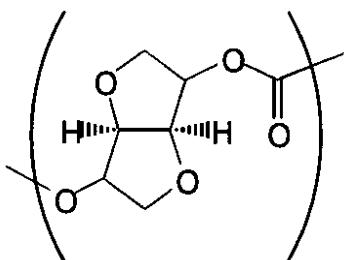
【化 1】



10

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、 R_3 および R_4 は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、 m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示し、 p および q は、夫々独立して 0 以上の整数を示す。] で表される単位 (A) および下記式

【化 2】



20

で表される単位 (B) を含み、単位 (A) と単位 (B) とのモル比 (A / B) が 25 / 75 以上 90 / 10 以下のポリカーボネート共重合体からなり、下記式 (1)

$$R(450) < R(550) < R(650) \quad (1)$$

[但し、 $R(450)$ 、 $R(550)$ および $R(650)$ は夫々、波長 450 nm、550 nm、650 nm におけるフィルム面内の位相差値を示す。] を満たす光学フィルム。

【請求項 2】

下記式 (2) および (3)

$$0 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2)$$

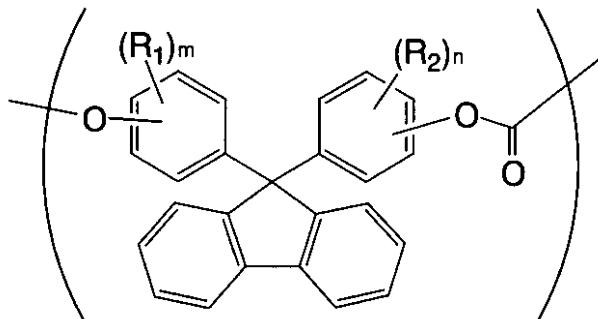
$$1.01 < R(650) / R(550) < 2 \quad (3)$$

を満たす請求項 1 記載のフィルム。

【請求項 3】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化 3】



40

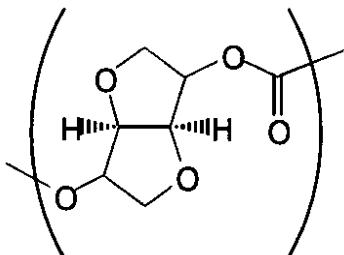
[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含

50

んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、mおよびnは夫々独立して0～4の整数を示す。】

で表される単位(A1)および下記式

【化4】



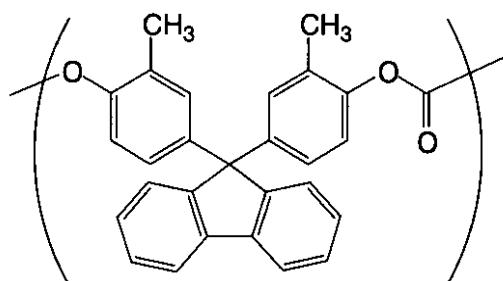
10

で表される単位(B)を含み、単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)が25/75以上40/60未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項2記載のフィルム。

【請求項4】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

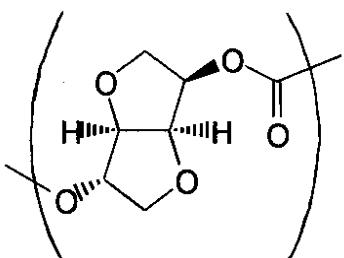
【化5】



20

で表される単位(A2)および下記式

【化6】



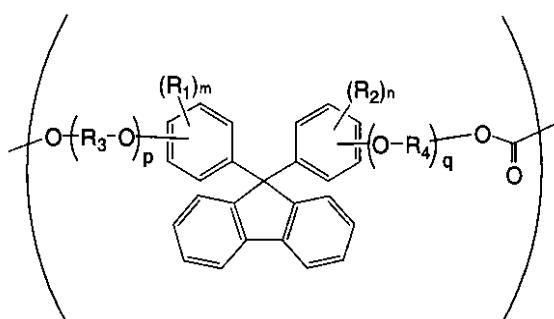
30

で表される単位(B1)を含む請求項3記載のフィルム。

【請求項5】

ポリカーボネート共重合体が下記式

【化7】



40

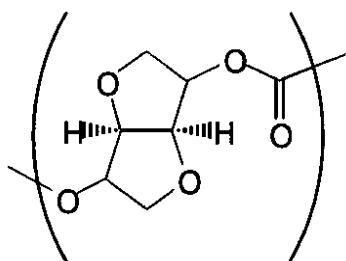
[式中、R₁およびR₂は夫々独立して、水素原子、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃およびR₄は夫々独立して、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、mおよびnは夫々独立して

50

0 ~ 4 の整数を示し、p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。】

で表される単位 (A3) および下記式

【化 8】



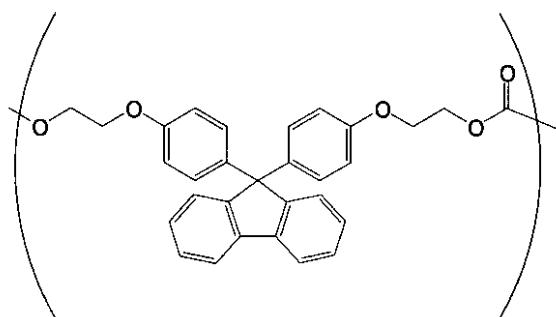
10

で表される単位 (B) を含み、単位 (A3) と単位 (B) とのモル比 (A3 / B) が 25 / 75 以上 65 / 35 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項 2 記載のフィルム。

【請求項 6】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

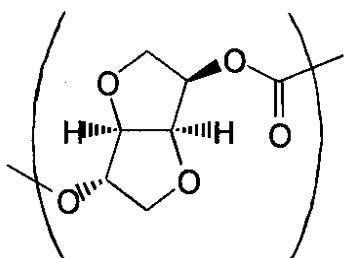
【化 9】



20

で表される単位 (A4) および下記式

【化 10】



30

で表される単位 (B1) を含む請求項 5 記載のフィルム。

【請求項 7】

下記式 (4) ~ (6)

$$R(450) < 0 \quad (4)$$

$$-10 < R(550) < 10 \quad (5)$$

$$0 < R(650) \quad (6)$$

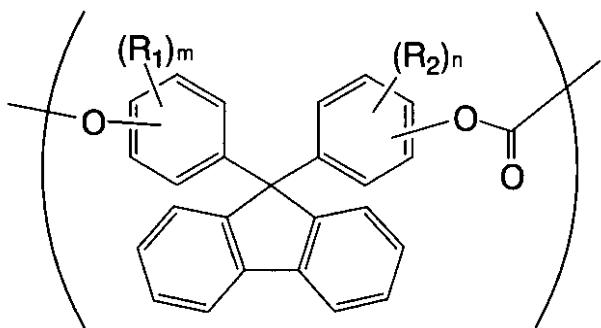
40

を満たす請求項 1 記載のフィルム。

【請求項 8】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化11】

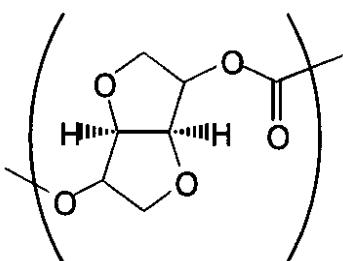


10

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、 m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示す。]

で表される単位 (A1) および下記式

【化12】



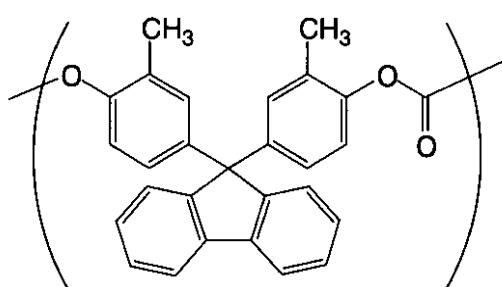
20

で表される単位 (B) を含み、単位 (A1) と単位 (B) とのモル比 ($A1 / B$) が 40 / 60 以上 60 / 40 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項 7 記載のフィルム。

【請求項 9】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

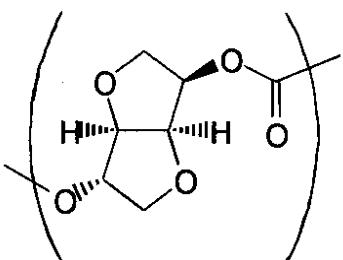
【化13】



30

で表される単位 (A2) および下記式

【化14】



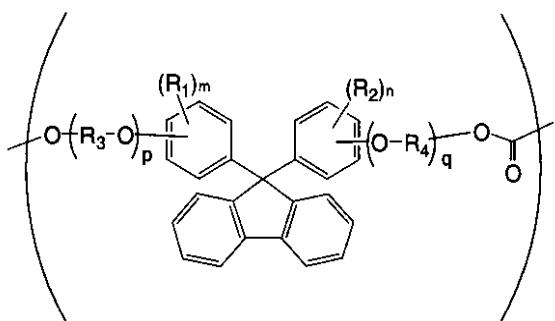
40

で表される単位 (B1) を含む請求項 8 記載のフィルム。

【請求項 10】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

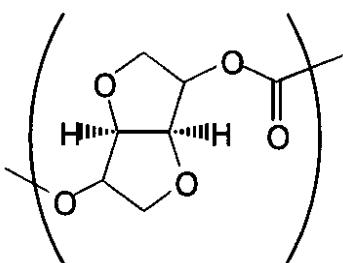
【化15】



10

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、 R_3 および R_4 は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、 m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示し、 p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。] で表される単位 (A3) および下記式

【化16】



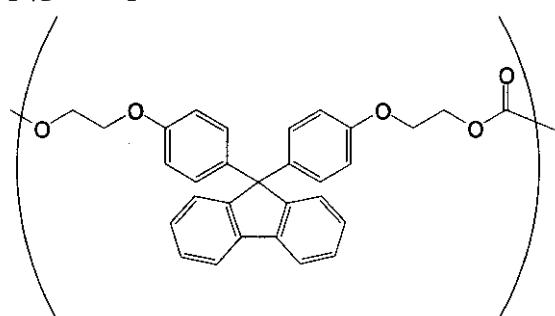
20

で表される単位 (B) を含み、単位 (A3) と単位 (B) とのモル比 ($A3 / B$) が 65 / 35 以上 82 / 18 未満であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項 7 記載のフィルム。

【請求項 11】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

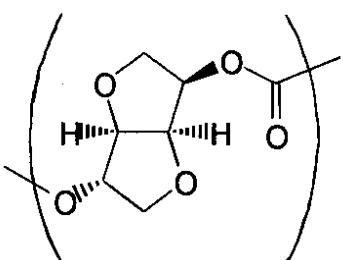
【化17】



30

で表される単位 (A4) および下記式

【化18】



40

で表される単位 (B1) を含む請求項 10 記載のフィルム。

【請求項 12】

下記式 (7)

50

$R(450) < R(550) < R(650) < 0$

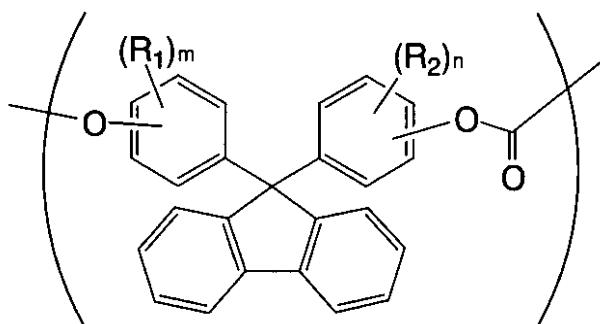
(7)

を満たす請求項1記載のフィルム。

【請求項13】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化19】

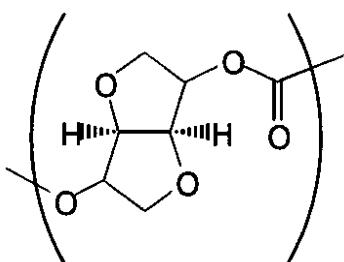


10

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数1~10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、 m および n は夫々独立して0~4の整数を示す。]

で表される単位(A1)および下記式

【化20】



20

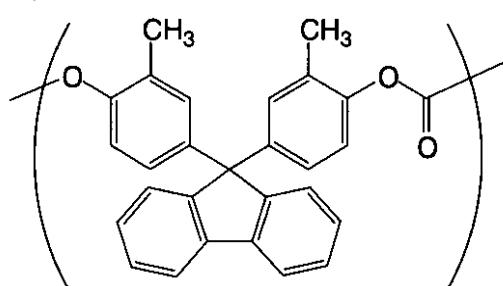
で表される単位(B)を含み、単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)が60/40以上90/10以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項12記載のフィルム。

【請求項14】

30

ポリカーボネート共重合体が、下記式

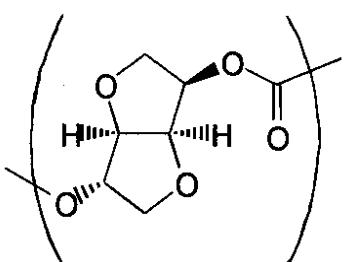
【化21】



40

で表される単位(A2)および下記式

【化22】



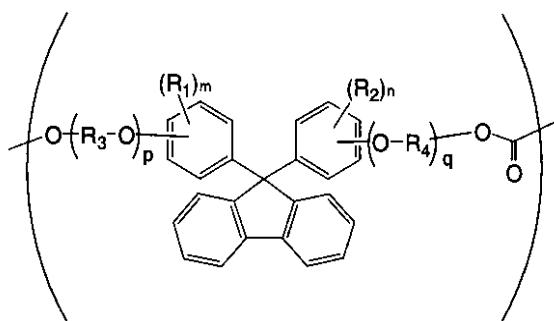
で表される単位(B1)を含む請求項13記載のフィルム。

50

【請求項 15】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化23】

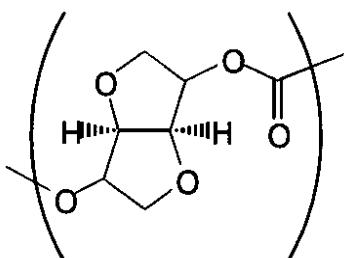


10

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、 R_3 および R_4 は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、 m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示し、 p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。]

で表される単位 (A3) および下記式

【化24】



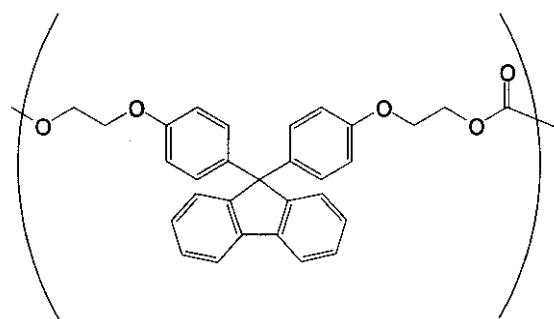
20

で表される単位 (B) を含み、単位 (A3) と単位 (B) とのモル比 ($A3 / B$) が 82 / 18 以上 90 / 10 以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である請求項 12 記載のフィルム。

【請求項 16】

ポリカーボネート共重合体が、下記式

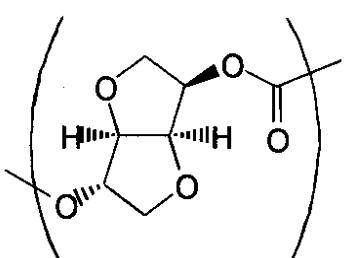
【化25】



30

で表される単位 (A4) および下記式

【化26】



40

で表される単位 (B1) を含む請求項 15 記載のフィルム。

50

【請求項 17】

位相差フィルムである請求項1記載のフィルム。

【請求項 18】

請求項17記載の位相差フィルムを具備した液晶表示装置。

【請求項 19】

請求項1記載のフィルムと偏光層とからなる円偏光フィルム。

【請求項 20】

請求項19の円偏光フィルムを反射防止フィルムとして用いた表示素子。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

10

【0001】

本発明は光学フィルムに関するものであり、所望の波長分散特性を有し、光弾性定数が低く、耐熱性が高く、溶融加工性に優れた光学フィルムである。

かかる光学フィルムは、例えば液晶表示装置、記録装置に用いられる光ピックアップ、光記録媒体等の光学装置、発光素子、光演算素子、光通信素子、タッチパネルに好適に用いられる。

【背景技術】**【0002】**

20

光学フィルムは、位相差フィルム、偏光板の保護フィルムとして用いられる。位相差フィルムは、液晶表示装置等に用いられ、色補償、視野角拡大、反射防止等の機能を有している。位相差フィルムとしては、 $\lambda/4$ 板、 $\lambda/2$ 板が知られており、その材料として、ポリカーボネート、ポリエーテルサルファン、ポリサルファン等が用いられている。これら材料からの $\lambda/4$ 板、 $\lambda/2$ 板は、短波長ほど位相差が大きくなるという性質がある。そのため、 $\lambda/4$ 板、 $\lambda/2$ 板として機能しうる波長が特定の波長に限られるという問題点があった。

【0003】

広帯域において波長を制御する方法として、位相差の波長依存性が異なる2枚以上の複屈折フィルムを特定の角度で積層する方法が知られている（特許文献1）。この方法は、複数の位相差フィルムを貼り合わせる工程、貼り合わせる角度を調整する工程等が必要となり生産性に問題がある。また、位相差フィルム全体の厚さが大きくなるため、光線透過率が低下して暗くなるという問題もある。

30

【0004】

近年、このような積層をせずに、一枚のフィルムにより広帯域で波長を制御する方法が提案されている（特許文献2）。これは、正の屈折率異方性を有する単位と、負の屈折率異方性を有する単位とからなるポリカーボネート共重合体を用いる方法である。しかしこのポリカーボネート共重合体は、フルオレン系ビスフェノール由来の単位を含有するため溶融温度が高く、溶融加工する際に分解によるゲル物が発生しやすいという問題がある。また、ガラス転移温度(T_g)が高く、フィルムの延伸加工に高い温度を必要とし、従来と異なる特別な加工設備を必要とする。また、光弾性定数が高く応力による複屈折が大きく、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こるという問題がある。

40

【0005】

一方、光ファイバー、光ディスク等に用いる、脂肪族ジオールを用いた光弾性定数の低いポリカーボネート共重合体は既に提案されている（特許文献3）。しかし、この文献には、フィルムの延伸や波長分散性についての検討はなされていない。また、この文献に記載のポリカーボネート共重合体の光弾性定数は、位相差フィルムや偏光板の保護フィルムとして使用する場合、さらなる低減が必要である。

【0006】

また、フルオレン環およびイソソルビド成分を含有するポリカーボネート共重合体を用いた光弾性定数の低い位相差フィルムが報告されている（特許文献4）。このポリカーボネート共重合体は、三元共重合体であるため、波長分散性を制御するためには、三成分の

50

組成比率を精密にコントロールする必要があり、安定して製造するのは容易ではない。また、熱安定性が低いため、溶融加工時に分子量が低下し易いという欠点がある。

【0007】

フルオレン系ビスフェノール骨格を含有するポリカーボネート共重合体からなる位相差フィルムも提案されている（特許文献5、特許文献6）。またフルオレン系ビスフェノール骨格を含有するポリカーボネート共重合体からなる偏光板保護フィルムも提案されている（特許文献7）。しかしいずれにおいても、ガラス転移温度（T_g）が高く、フィルムの延伸加工に高い温度を必要とし、従来と異なる特別な加工設備を必要とする。また、光弾性定数が高く応力による複屈折が大きく、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こるという問題がある。

10

【0008】

【特許文献1】特開平2-120804号公報

【特許文献2】特許第3325560号公報

【特許文献3】特開2004-67990号公報

【特許文献4】国際公開第06/041190号パンフレット

【特許文献5】国際公開第01/009649号パンフレット

【特許文献6】特開2006-323254号公報

【特許文献7】特許第3995387号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0009】

本発明は、所望の波長分散特性をもち、光弾性が低く、溶融加工性に優れたポリカーボネート共重合体樹脂からなる光学フィルム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】

【0010】

本発明者は、鋭意検討の結果、側鎖にフルオレン構造を有するジオールと特定の脂肪族ジオールとの共重合ポリカーボネートによりなる光学フィルムが、位相差が短波長になるほど小さくなる逆波長分散性を示し、かつ光弾性定数が低く、また溶融加工性に優れていることを見出し、本発明に到達した。

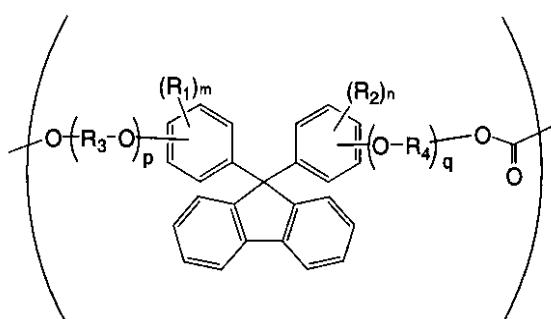
30

【0011】

すなわち、本発明によれば、

1. 下記式

【化1】

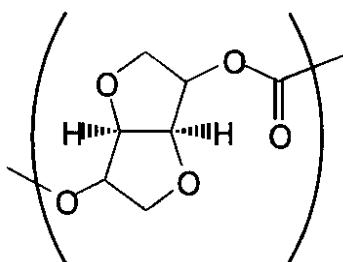


40

[式中、R₁およびR₂は夫々独立して、水素原子、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃およびR₄は夫々独立して、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、mおよびnは夫々独立して0～4の整数を示し、pおよびqは、夫々独立して0以上の整数を示す。]

で表される単位（A）および下記式

【化2】



で表される単位 (B) を含み、単位 (A) と単位 (B) とのモル比 (A / B) が 25 / 75 以上 90 / 10 以下のポリカーボネート共重合体からなり、下記式 (1) 10

$$R(450) < R(550) < R(650) \quad (1)$$

[但し、R(450)、R(550) および R(650) は夫々、波長 450 nm、550 nm、650 nm におけるフィルム面内の位相差値を示す。] 20
を満たすフィルム。

【0012】

2. 下記式 (2) および (3)

$$0 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2)$$

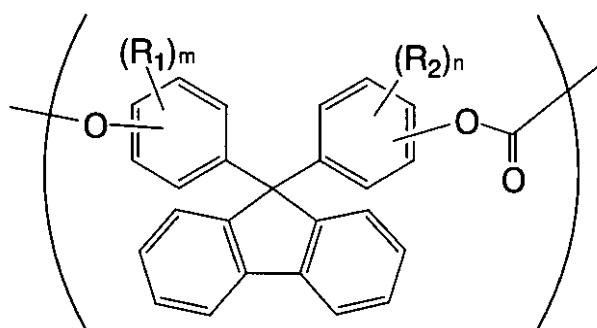
$$1.01 < R(650) / R(550) < 2 \quad (3)$$

を満たす前項 1 記載の光学フィルム。

【0013】

3. ポリカーボネート共重合体が、下記式

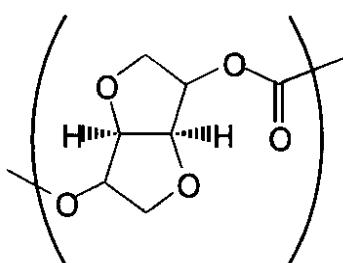
【化3】



[式中、R₁ および R₂ は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示す。]

で表される単位 (A1) および下記式

【化4】



で表される単位 (B) を含み、単位 (A1) と単位 (B) とのモル比 (A1 / B) が 25 / 75 以上 40 / 60 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項 2 記載の光学フィルム。

【0014】

4. ポリカーボネート共重合体が、下記式

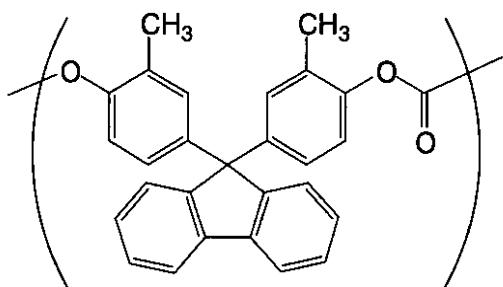
10

20

30

40

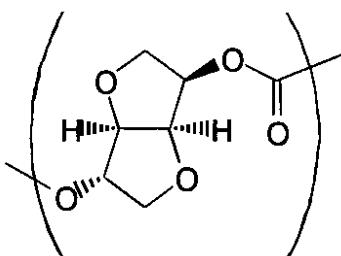
【化5】



で表される単位（A2）および下記式

10

【化6】



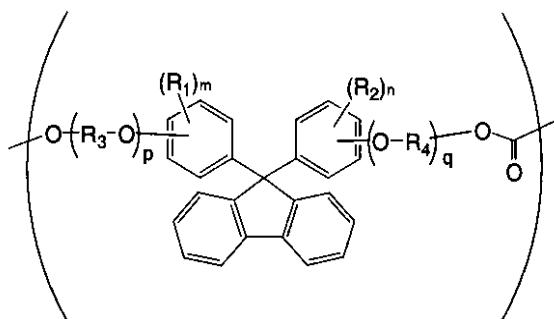
で表される単位（B1）を含む前項3記載の光学フィルム。

20

【0015】

5. ポリカーボネート共重合体が下記式

【化7】

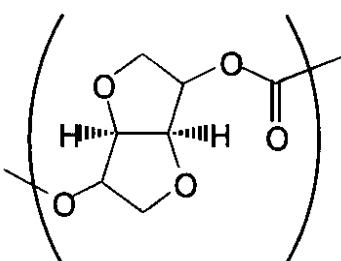


30

[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、 R_3 および R_4 は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、 m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示し、 p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。]

で表される単位（A3）および下記式

【化8】



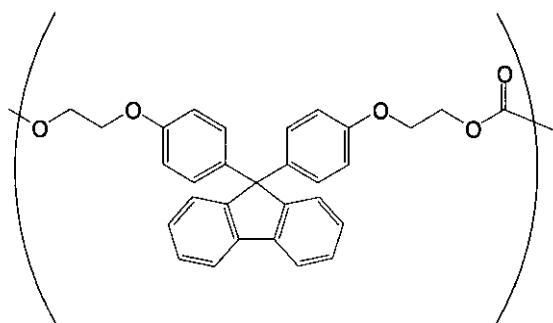
40

で表される単位（B）を含み、単位（A3）と単位（B）とのモル比（A3 / B）が 25 / 75 以上 65 / 35 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項2記載の光学フィルム。

【0016】

6. ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化9】

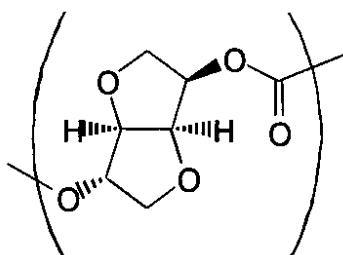


10

で表される単位 (A4) および下記式

【0017】

【化10】



20

で表される単位 (B1) を含む前項5記載の光学フィルム。

【0018】

7. 下記式 (4) ~ (6)

$$R(450) < 0 \quad (4)$$

$$-10 < R(550) < 10 \quad (5)$$

$$0 < R(650) \quad (6)$$

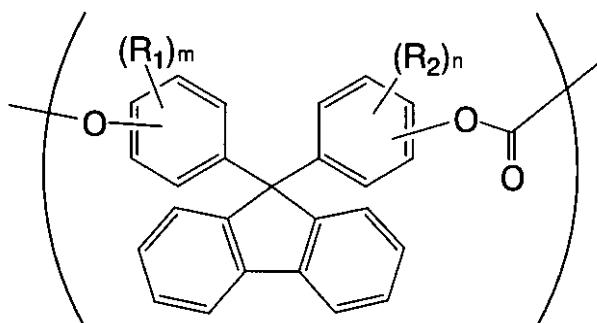
を満たす前項1記載の光学フィルム。

【0019】

8. ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化11】

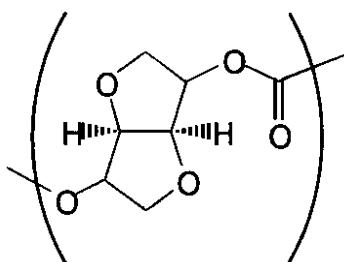
30

[式中、R₁ および R₂ は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示す。]

40

で表される単位 (A1) および下記式

【化12】

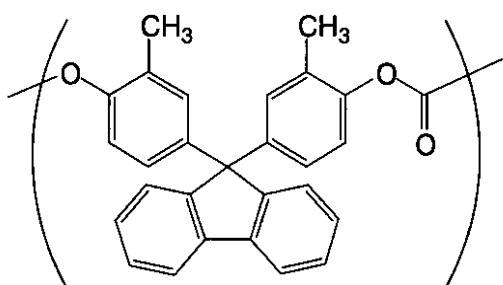


で表される単位 (B) を含み、単位 (A1) と単位 (B)とのモル比 (A1 / B) が 40 / 60 以上 60 / 40 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項 7 記載の光学フィルム。 10

【0020】

9. ポリカーボネート共重合体が、下記式

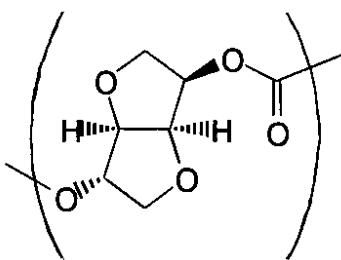
【化13】



20

で表される単位 (A2) および下記式

【化14】



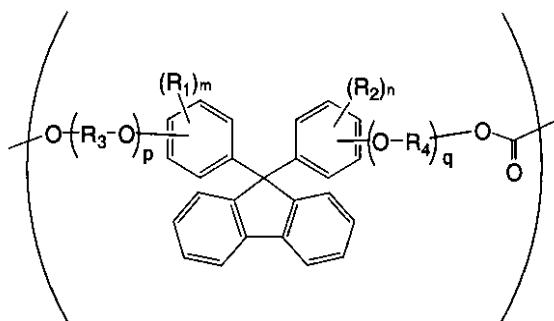
30

で表される単位 (B1) を含む前項 8 記載の光学フィルム。

【0021】

10. ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化15】

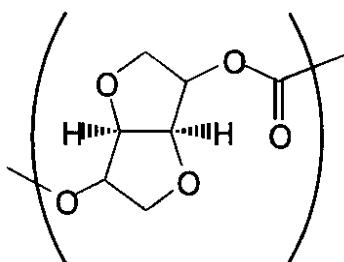


40

[式中、R₁ および R₂ は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃ および R₄ は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、m および n は夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示し、p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。]

で表される単位 (A3) および下記式

【化16】

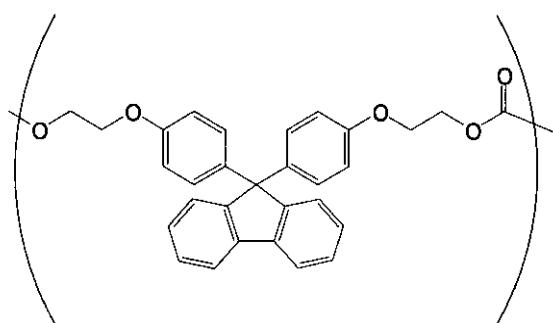


で表される単位 (B) を含み、単位 (A3) と単位 (B)とのモル比 (A3 / B) が 65 / 35 以上 82 / 18 未満であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項7記載の光学フィルム。 10

【0022】

11. ポリカーボネート共重合体が、下記式

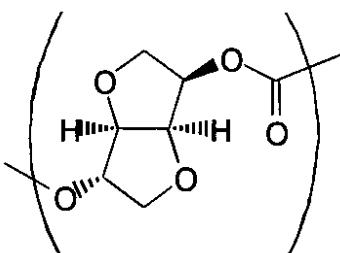
【化17】



20

で表される単位 (A4) および下記式

【化18】



30

で表される単位 (B1) を含む前項10記載の光学フィルム。

【0023】

12. 下記式(7)

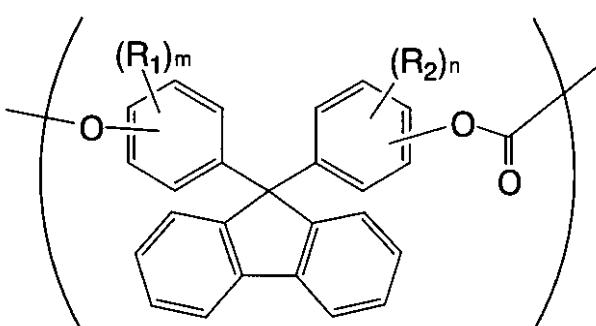
$$R(450) < R(550) < R(650) < 0 \quad (7)$$

を満たす前項1記載の光学フィルム。

【0024】

13. ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化19】



40

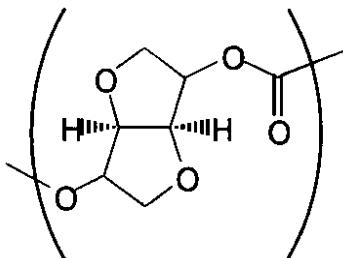
[式中、 R_1 および R_2 は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含

50

んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す、mおよびnは夫々独立して0～4の整数を示す。】

で表される単位(A1)および下記式

【化20】



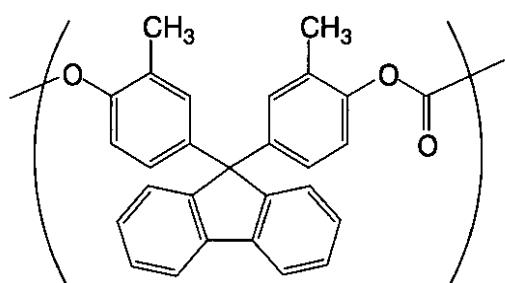
10

で表される単位(B)を含み、単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)が60/40以上90/10以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項12記載の光学フィルム。

【0025】

14. ポリカーボネート共重合体が、下記式

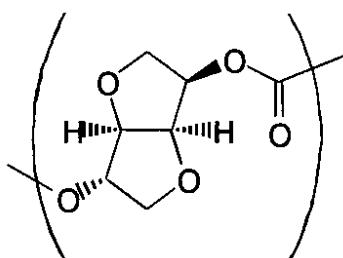
【化21】



20

で表される単位(A2)および下記式

【化22】



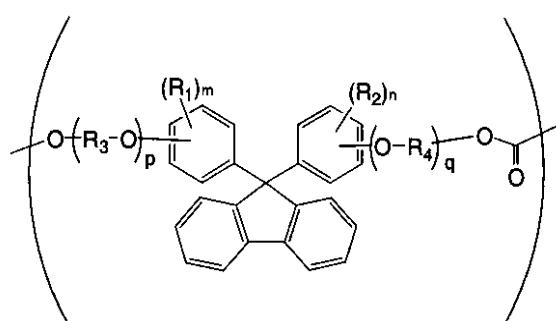
30

で表される単位(B1)を含む前項13記載の光学フィルム。

【0026】

15. ポリカーボネート共重合体が、下記式

【化23】



40

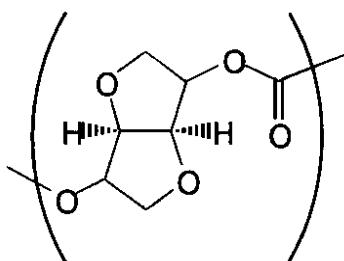
[式中、R₁およびR₂は夫々独立して、水素原子、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃およびR₄は夫々独立して、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、mおよびnは夫々独立して

50

0～4の整数を示し、pおよびqは、夫々独立して1以上の整数を示す。】

で表される単位(A3)および下記式

【化24】



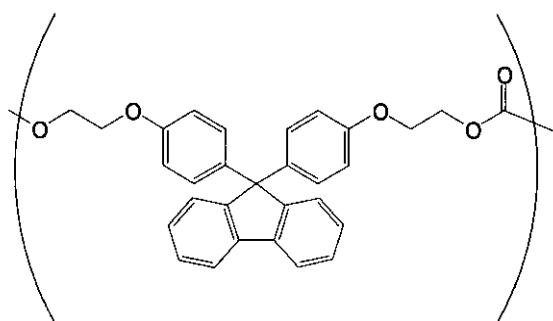
10

で表される単位(B)を含み、単位(A3)と単位(B)とのモル比(A3/B)が82/18以上90/10以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下である前項12記載の光学フィルム。

【0027】

16. ポリカーボネート共重合体が、下記式

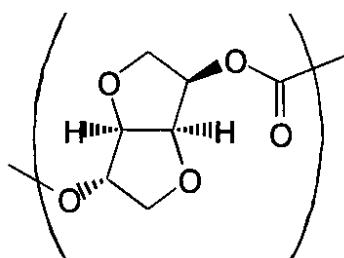
【化25】



20

で表される単位(A4)および下記式

【化26】



30

で表される単位(B1)を含む前項15記載の光学フィルム。

【0028】

17. 位相差フィルムである前項1記載のフィルム。

【0029】

18. 前項17記載の位相差フィルムを具備した液晶表示装置。

【0030】

19. 前項1記載のフィルムと偏光層とからなる円偏光フィルム。

40

【0031】

20. 前項19の円偏光フィルムを反射防止フィルムとして用いた表示素子。
が提供される。

【0032】

以下、本発明を詳細に説明する。

<ポリカーボネート共重合体>

本発明の光学フィルムは、単位(A)および単位(B)を含むポリカーボネート共重合体からなる。

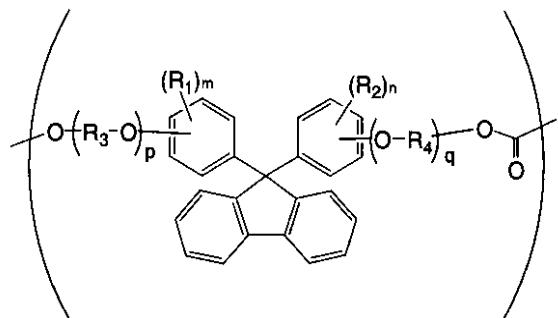
【0033】

50

(単位 (A))

単位 (A) は下記式で表される。

【化27】



10

【0034】

単位 (A) 中、R₁ および R₂ は夫々独立して、水素原子、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示す。炭化水素基として、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基、炭素数 5 ~ 10 のシクロアルキル基、炭素数 6 ~ 10 のアリール基、炭素数 7 ~ 10 のアラルキル基、炭素数 1 ~ 10 のアルケニル基が挙げられる。ハロゲン原子として、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等が挙げられる。

【0035】

R₃ および R₄ は夫々独立して、炭素原子数 1 ~ 10 の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示す。炭化水素基は、好ましくは炭素数 1 ~ 10 のアルキレン基、さらに好ましくは炭素数 1 ~ 4 のアルキレン基、より好ましくはエチレン基である。

【0036】

p および q は、それぞれ - (R₃ - O) - および - (O - R₄) - の繰り返しの数を表す。p および q は、夫々独立して、0 以上の整数であり、好ましくは 0 ~ 20 の整数、さらに好ましくは 0 ~ 12 の整数、さらにより好ましくは 0 ~ 8 の整数、特に好ましくは 0 ~ 4 の整数、最も好ましくは 0 または 1 である。

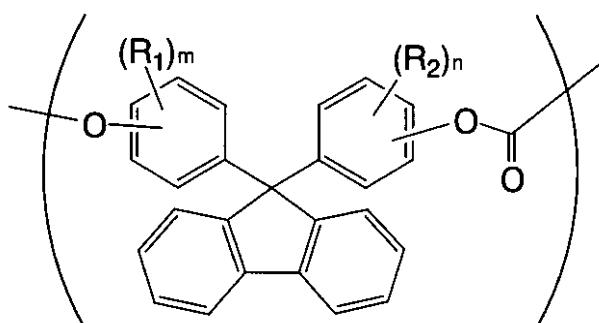
m および n は、夫々独立して 0 ~ 4 の整数を示す。

【0037】

(p および q が 0 の場合)

p および q が 0 の場合、単位 (A) は下記式で表される（以下、単位 (A1) と呼ぶことがある）。

【化28】



20

30

【0038】

R₁ および R₂ は単位 (A) と同じである。

単位 (A1) として、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - メチルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - エチルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - n - プロピルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - イソプロピルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - n - プチルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス (4 - ヒドロキシ - 3 - s e c - プチルフェニル) フルオレン、9, 9 - ビス

40

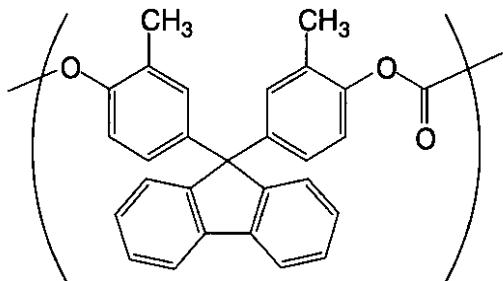
50

(4-ヒドロキシ-3-tert-ブチルフェニル)フルオレン、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-シクロヘキシルフェニル)フルオレン、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-フェニルフェニル)フルオレン等から誘導される単位が挙げられる。これらの単位(A1)を誘導する化合物は、単独でまたは二種類以上を組み合わせて用いることもできる。

【0039】

特に、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレンから誘導される下記式で表される単位(A2)が好ましい。

【化29】



10

【0040】

単位(A2)を含むポリカーボネート共重合体は、その10gをエタノール50mlに溶解した溶液を光路長30mmで測定したb値が、好ましくは6.0以下、より好ましくは5.5以下、さらに好ましくは5.0以下である。このb値が上記範囲内であれば、ポリカーボネート共重合体から形成される光学フィルムは色相が良好で強度が高い。

20

【0041】

単位(A2)の原料である9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレンは、o-クレゾールとフルオレノンの反応によって得られる。b値の小さい9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレンは、不純物を除去することによって得ることができる。

30

【0042】

具体的には、o-クレゾールとフルオレノンの反応後に、未反応のo-クレゾールを除去した後、残さをアルコール系、ケトン系またはベンゼン誘導体系の溶媒に溶解し、これに活性白土または活性炭を加えてろ過後、ろ液から結晶化した生成物をろ過して、精製された9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレンを得ることができる。除去される不純物としては、2,4'-ジヒドロキシ体、2,2'-ジヒドロキシ体および構造不明の不純物等である。かかる精製に用いるアルコール系の溶媒としてはメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等の低級アルコールが好ましい。ケトン系の溶媒としてはアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソプロピルケトン、シクロヘキサン等の低級脂肪族ケトン類およびこれらの混合物が好ましい。ベンゼン誘導体系の溶媒としてはトルエン、キシレン、ベンゼンおよびこれらの混合物が好ましい。溶媒の使用量はフルオレン化合物が十分に溶解する量であれば足り、通常フルオレン化合物に対して2~10倍量程度である。活性白土としては市販されている粉末状または粒状のシリカ-アルミナを主成分とするものが用いられる。また、活性炭としては市販されている粉末状または粒状のものが用いられる。

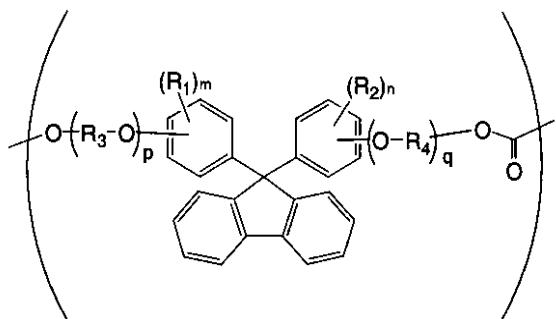
40

【0043】

(pおよびqが1以上の整数の場合)

pおよびqが1以上の整数の場合、単位(A)は下記式で表される(以下、単位(A3)と呼ぶことがある)。

【化30】



10

[式中、R₁およびR₂は夫々独立して、水素原子、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基またはハロゲン原子を示し、R₃およびR₄は夫々独立して、炭素原子数1～10の芳香族基を含んでもよい炭化水素基を示し、mおよびnは夫々独立して0～4の整数を示し、pおよびqは、夫々独立して1以上の整数を示す。]

【0044】

単位(A3)として、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(3-ヒドロキシプロポキシ)フェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(4-ヒドロキシプロトキシ)フェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-メチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[2-(2-ヒドロキシエトキシ)-5-メチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-エチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-プロピルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-イソプロピルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-n-ブチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-イソブチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-(1-メチルプロピル)フェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(3-ヒドロキシプロポキシ)-3-メチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(4-ヒドロキシプロトキシ)-3-メチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジメチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-2,5-ジメチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジエチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジプロピルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジイソプロピルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジ-n-ブチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジイソブチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジメチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(4-ヒドロキシプロトキシ)-3,5-ジメチルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-シクロヘキシリルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-フェニルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジフェニルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-ベンジルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3,5-ジベンジルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-プロペニルフェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-フルオロフェニル]フルオレン、およびこれらの9,9-ビス(ヒドロキシアルコキシフェニル)フルオレンから誘導される単位が挙げられる。また、pおよびqが2以上である9,9-ビス[ヒドロキシポリ(アルキレンオキシ)フェニル]フルオレン等から誘導される単位が挙げられる。

20

30

40

50

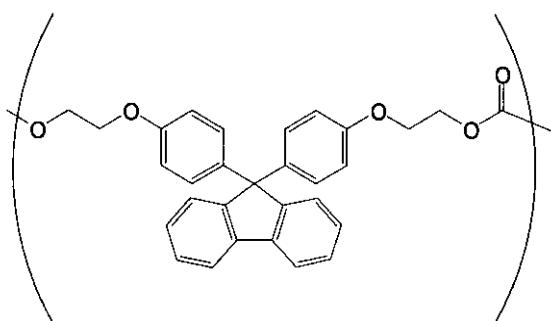
【0045】

これらのうち、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]フルオレン、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)-3-メチルフェニル]フルオレン}等が好ましい。

特に、下記式で示される9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]フルオレン(BPEF)から誘導される単位(A4)が好ましい。

【0046】

【化31】



10

【0047】

これらの単位(A3)を誘導する化合物は、単独でまたは二種類以上を組み合わせて用いることもできる。

単位(A3)を誘導する化合物は、9,9-ビス(ヒドロキシフェニル)フルオレン類と、基R₃およびR₄に対応する化合物(アルキレンオキサイド、ハロアルカノール等)とを反応させることにより得られる。例えば、9,9-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]フルオレンは、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレンにエチレンオキサイドを付加することにより得られる。9,9-ビス[4-(3-ヒドロキシプロポキシ)フェニル]フルオレンは、例えば、9,9-ビス[4-ヒドロキシフェニル]フルオレンと3-クロロプロパノールとをアルカリ条件下にて反応させることにより得られる。なお、9,9-ビス(ヒドロキシフェニル)フルオレンは、フルオレノン(9-フルオレノン等)と対応するフェノールとの反応により得ることができる。9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレンは、例えば、フェノールと9-フルオレノンとの反応によって得ることができる。

20

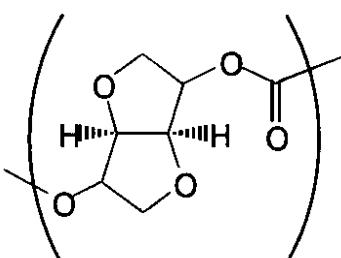
30

【0048】

(単位(B))

単位(B)は下記式で表される。

【化32】

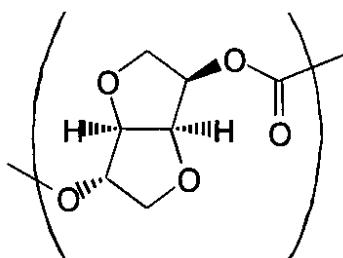


40

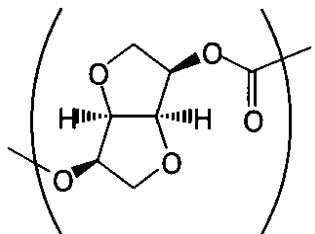
【0049】

上記式で表される繰り返し単位は、エーテルジオール由来の単位であり、該エーテルジオールとして具体的には、それぞれ立体異性体の関係にある下記式(B1)、(B2)および(B3)

【化33】

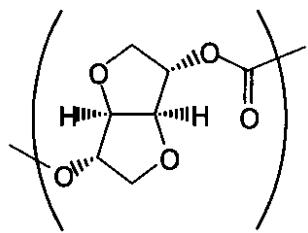


【化34】



10

【化35】



20

で表されるイソソルビド、イソマンニド、イソイディッドなどが挙げられる。

【0050】

これら糖質由来のエーテルジオールは、自然界のバイオマスからも得られる物質で、再生可能資源と呼ばれるものの1つである。イソソルビドは、でんぶんから得られるD-グルコースに水添した後、脱水を受けさせることにより得られる。その他のエーテルジオールについても、出発物質を除いて同様の反応により得られる。

30

【0051】

特に、カーボネート構成単位がイソソルビド(1,4・3,6-ジアンヒドロ-D-ソルビトール)由来のカーボネート構成単位であることが好ましい。イソソルビドはでんぶんなどから簡単に作ることができるエーテルジオールであり資源として豊富に入手することができる上、イソマンニドやイソイディッドと比べても製造の容易さ、性質、用途の幅広さの全てにおいて優れている。

30

【0052】

(組成比)

ポリカーボネート共重合体中の、単位(A)と単位(B)とのモル比(A/B)は、25/75以上90/10以下り、好ましくは30/70以上90/10以下である。モル比(A/B)が25/75未満の場合、ポリカーボネート共重合体の波長分散性が逆分散性ではなくなり、光学特性に問題がある。モル比(A/B)が90/10を超えるとポリカーボネート共重合体のガラス転移温度が高くなるため、加工性に問題がある。また、光弾性定数が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ を超える。また組成比は、仕込み比と重合後の組成比のずれを0.5mol%以内、好ましくは0.3mol%以内に制御する必要がある。0.5mol%を超える場合、波長分散性が大きく変化するため、品質に問題がある。モル比(A/B)は、日本電子社製JNM-AL400のプロトンNMRにて測定し算出する。

40

【0053】

(ガラス転移温度:Tg)

ポリカーボネート共重合体のガラス転移温度(Tg)は、好ましくは140~200

50

、より好ましくは140～180の範囲である。ガラス転移温度(T_g)が140より低いと、耐熱安定性に劣り、位相差値が経時変化して表示品位に影響を与える場合がある。またガラス転移温度(T_g)が200より高いと溶融重合する際に、粘度が高すぎて困難となる。ガラス転移温度(T_g)はティー・エイ・インスツルメント・ジャパン(株)製2910型DSCを使用し、昇温速度20 / minにて測定する。

【0054】

(光弾性定数)

ポリカーボネート共重合体の光弾性定数の絶対値は、好ましくは 30×10^{-12} Pa⁻¹以下、より好ましくは 28×10^{-12} Pa⁻¹以下、さらに好ましくは 25×10^{-12} Pa⁻¹以下である。絶対値が 30×10^{-12} Pa⁻¹より大きいと、応力による複屈折が大きく、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こり、好ましくない。光弾性定数はフィルムから長さ50mm、幅10mmの試験片を切り出し、日本分光(株)製 Spectroelipsometer M-220を使用し測定する。10

【0055】

(製造方法)

ポリカーボネート共重合体は、フルオレンジヒドロキシ成分、脂肪族ジオール成分および炭酸ジエステルを溶融重合して製造することができる。

炭酸ジエステルとしては、置換されてもよい炭素数6～12のアリール基、アラルキル基等のエステルが挙げられる。具体的には、ジフェニルカーボネート、ジトリールカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネートおよびビス(m-クレジル)カーボネート等が挙げられる。これらの中でも特にジフェニルカーボネートが好ましい。20

ジフェニルカーボネートの使用量は、ジヒドロキシ化合物の合計1モルに対して、好ましくは0.97～1.10モル、より好ましくは1.00～1.06モルである。

【0056】

また溶融重合法においては重合速度を速めるために、重合触媒を用いることができ、かかる重合触媒としては、アルカリ金属化合物、アルカリ土類金属化合物、含窒素化合物、金属化合物等が挙げられる。

このような化合物としては、アルカリ金属やアルカリ土類金属の、有機酸塩、無機塩、酸化物、水酸化物、水素化物、アルコキシド、4級アンモニウムヒドロキシド等が好ましく用いられ、これらの化合物は単独もしくは組み合わせて用いることができる。30

【0057】

アルカリ金属化合物としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸セシウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸セシウム、酢酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸セシウム、ステアリン酸リチウム、水素化ホウ素ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸セシウム、安息香酸リチウム、リン酸水素2ナトリウム、リン酸水素2カリウム、リン酸水素2リチウム、フェニルリン酸2ナトリウム、ビスフェノールAの2ナトリウム塩、2カリウム塩、2セシウム塩、2リチウム塩、フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、セシウム塩、リチウム塩等が挙げられる。40

【0058】

アルカリ土類金属化合物としては、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化ストロンチウム、水酸化バリウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸ストロンチウム、炭酸バリウム、二酢酸マグネシウム、二酢酸カルシウム、二酢酸ストロンチウム、二酢酸バリウム等が挙げられる。

【0059】

含窒素化合物としては、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、テトラブロピルアンモニウムヒドロキシド、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド等のアルキル、アリール基等を有する4級アンモニウムヒドロキシド類が挙げられる。また、トリエチルアミン

10

20

30

40

50

、ジメチルベンジルアミン、トリフェニルアミン等の3級アミン類、2-メチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、ベンゾイミダゾール等のイミダゾール類が挙げられる。また、アンモニア、テトラメチルアンモニウムボロハイドライド、テトラブチルアンモニウムボロハイドライド、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート、テトラフェニルアンモニウムテトラフェニルボレート等の塩基あるいは塩基性塩等が挙げられる。金属化合物としては亜鉛アルミニウム化合物、ゲルマニウム化合物、有機スズ化合物、アンチモン化合物、マンガン化合物、チタン化合物、ジルコニウム化合物等が挙げられる。これらの化合物は1種または2種以上併用してもよい。

【0060】

これらの重合触媒の使用量は、ジオール成分1モルに対し好ましくは $1 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-2}$ 当量、好ましくは $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-5}$ 当量、より好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-3}$ 当量の範囲で選ばれる。10

溶融重縮合反応は、従来知られているように不活性ガス雰囲気下および減圧下で加熱しながら攪拌して生成するモノヒドロキシ化合物を留出させることで行なわれる。

【0061】

反応温度は通常120～350の範囲であり、反応後期には系の減圧度を10～0.1 Torrに高めて生成するモノヒドロキシ化合物の留出を容易にさせて反応を完結させる。必要に応じて末端停止剤、酸化防止剤等を加えてよい。

【0062】

また、反応後期に触媒失活剤を添加することもできる。使用する触媒失活剤としては、公知の触媒失活剤が有効に使用されるが、この中でもスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましい。更にドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩等のドデシルベンゼンスルホン酸の塩類、パラトルエンスルホン酸テトラブチルアンモニウム塩等のパラトルエンスルホン酸の塩類が好ましい。20

【0063】

またスルホン酸のエステルとして、ベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、パラトルエンスルホン酸メチル、パラトルエンスルホン酸エチル、パラトルエンスルホン酸ブチル、パラトルエンスルホン酸オクチル、パラトルエンスルホン酸フェニル等が好ましく用いられる。その中でも、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩が最も好ましく使用される。これらの触媒失活剤の使用量はアルカリ金属化合物および/またはアルカリ土類金属化合物より選ばれた少なくとも1種の重合触媒を用いた場合、その触媒1モル当たり好ましくは0.5～50モルの割合で、より好ましくは0.5～10モルの割合で、更に好ましくは0.8～5モルの割合で使用することができる。30

【0064】

また、用途や必要に応じて熱安定剤、可塑剤、光安定剤、重合金屬不活性化剤、難燃剤、滑剤、帯電防止剤、界面活性剤、抗菌剤、紫外線吸収剤、離型剤等の添加剤を配合することができる。

【0065】

<光学フィルム>

本発明の光学フィルムについて説明する。この光学フィルムとは、光学用途に使用されるフィルムである。具体的には、位相差フィルム、プラセル基板フィルム、偏光板保護フィルム、反射防止フィルム、輝度上昇フィルム、光ディスクの保護フィルム、拡散フィルム等が挙げられる。特に、位相差フィルム、偏光板保護フィルム、反射防止フィルムが好ましい。

【0066】

光学フィルムの製造方法としては、例えば、溶液キャスト法、溶融押し出し法、熱プレス法、カレンダー法等公知の方法を挙げることが出来る。本発明の光学フィルムの製造法としては、溶融押し出し法が生産性の点から好ましい。

【0067】

50

20

30

40

50

溶融押し出し法においては、Tダイを用いて樹脂を押し出し冷却ロールに送る方法が好ましく用いられる。このときの温度はポリカーボネート共重合体の分子量、Tg、溶融流動特性等から決められるが、180～350の範囲であり、200～320の範囲がより好ましい。180より低いと粘度が高くなりポリマーの配向、応力歪みが残りやすく好ましくない。また、350より高いと熱劣化、着色、Tダイからのダイライン(筋)等の問題が起きやすい。

【0068】

また本発明で用いるポリカーボネート共重合体は、有機溶媒に対する溶解性が良好なので、溶液キャスト法も適用することが出来る。溶液キャスト法の場合は、溶媒としては塩化メチレン、1,2-ジクロロエタン、1,1,2,2-テトラクロロエタン、ジオキサン、ジオキサン等が好適に用いられる。溶液キャスト法で用いられるフィルム中の残留溶媒量は2重量%以下であることが好ましく、より好ましくは1重量%以下である。2重量%を超えると残留溶媒が多いとフィルムのガラス転移温度の低下が著しくなり耐熱性の点で好ましくない。

10

【0069】

本発明の未延伸の光学フィルムの厚みとしては、30～400μmの範囲が好ましく、より好ましくは40～300μmの範囲である。かかるフィルムをさらに延伸して位相差フィルムとする場合には、光学フィルムの所望の位相差値、厚みを勘案して上記範囲内で適宜決めればよい。

20

【0070】

かくして得られた未延伸の光学フィルムは延伸配向され位相差フィルムとなる。延伸方法は、縦一軸延伸、テンター等を用いる横一軸延伸、あるいはそれらを組み合わせた同時二軸延伸、逐次二軸延伸等公知の方法を用いることが出来る。また連続で行うことが生産性の点で好ましいが、バッチ式で行っても良い。延伸温度は、ポリカーボネート共重合体のガラス転移温度(Tg)に対して、好ましくは(Tg - 20)～(Tg + 50)の範囲、より好ましくは(Tg - 10)～(Tg + 30)の範囲である。この温度範囲であれば、ポリマーの分子運動が適度であり、延伸による緩和が起こり難く、配向抑制容易になり所望する面内位相差が得られ易いため好ましい。

20

【0071】

延伸倍率は目的とする位相差値により決められるが、縦、横、それぞれ、1.05～5倍、より好ましくは1.1～4倍である。この延伸は一段で行ってもよく、多段で行ってもよい。なお、溶液キャスト法により得たフィルムを延伸する場合の上記Tgとは、該フィルム中の微量の溶媒を含むガラス転移温度を言う。

30

【0072】

(波長分散性)

本発明の光学フィルムは、波長400～800nmの可視光領域において、フィルム面内の位相差が短波長になるほど小さくなるという特徴を有する。即ち、下記式(1)

$$R(450) < R(550) < R(650) \quad (1)$$

を満たす。但し、R(450)、R(550)およびR(650)は夫々、波長450nm、550nm、650nmにおけるフィルム面内の位相差値を示す。

40

ここで面内の位相差値Rとは下記式で定義されるものであり、フィルムに垂直方向に透過する光のX方向とそれと垂直のY方向との位相の遅れを現す特性である。

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

但し、 n_x はフィルム面内の遅相軸(最も屈折率が高い軸)の屈折率であり、 n_y はフィルム面内で n_x と垂直方向の屈折率であり、dはフィルムの厚みである。

【0073】

(厚み等)

また本発明の光学フィルムの厚みは、好ましくは20～200μm、より好ましくは20～150μmの範囲である。この範囲であれば、延伸による所望する位相差値が得やすく、製膜も容易で好ましい。

50

本発明の光学フィルムは、これを構成するポリカーボネート共重合体の光弾性定数が低い。従って、応力に対する位相差の変化が少なく、かかる位相差フィルムを具備した液晶表示装置は表示安定性に優れたものとなる。

【0074】

本発明の光学フィルムは透明性が高い。厚さ $100\mu\text{m}$ の本発明の光学フィルムの全光線透過率が、好ましくは85%以上、より好ましくは88%以上である。また本発明の光学フィルムのヘイズ値は、好ましくは5%以下、より好ましくは3%以下である。

本発明のフィルムは、位相差フィルムに用いることができる。本発明は、上記位相差フィルムを具備した液晶表示装置を包含する。本発明は、本発明のフィルムと偏光層とからなる円偏光フィルムを包含する。本発明は、上記円偏光フィルムを反射防止フィルムとして用いた表示素子を包含する。

【0075】

(好ましい態様)

本発明のフィルムの好ましい態様として以下のフィルム(I)～フィルム(VI)が挙げられる。

【0076】

(フィルム(I))

フィルム(I)は、下記式(2)および(3)

$$0 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 2 \quad (3)$$

を満たす、いわゆる逆波長分散性を示すフィルムである。フィルム(I)は、液晶表示装置等の位相差フィルムに好適に用いられる。

フィルム(I)は、より好ましくは以下の条件を満たす。

$$0.6 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2-1)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 1.40 \quad (3-1)$$

フィルム(I)は、さらに好ましくは以下の条件を満たす。

$$0.65 < R(450) / R(550) < 0.92 \quad (2-2)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 1.30 \quad (3-2)$$

フィルム(I)は、特に好ましくは以下の条件を満たす。

$$0.7 < R(450) / R(550) < 0.91 \quad (2-3)$$

$$1.03 < R(650) / R(550) < 1.20 \quad (3-3)$$

フィルム(I)の波長 550nm におけるフィルム面内の位相差値 $R(550)$ は、 $R(550) > 50\text{nm}$ であることが好ましい。フィルム(I)は積層することなく1枚で広帯域の $/4$ 板または $/2$ 板として使用できる。かかる用途ではさらに、 $/4$ 板の場合は $100\text{nm} < R(550) < 180\text{nm}$ 、 $/2$ 板の場合は $220\text{nm} < R(550) < 330\text{nm}$ であることが望ましい。波長分散性は、フィルムから長さ 100mm 、幅 70mm の試験片を切り出し、 $T_g + 10$ の延伸温度で 2.0 倍縦延伸し、得られたフィルムを日本分光(株)製 Spectroelipsometer M-220を使用し測定する。

【0077】

フィルム(I)のポリカーボネート共重合体は、下記式

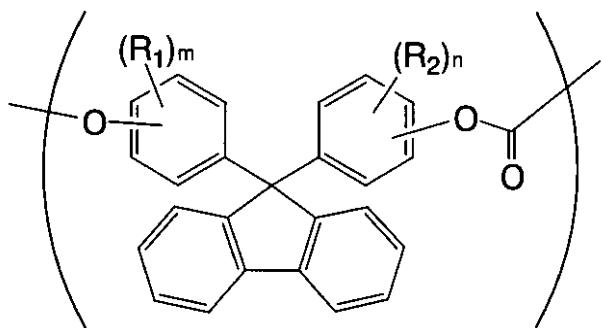
10

20

30

40

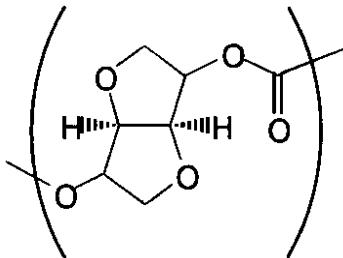
【化36】



10

[式中、 R_1 、 R_2 、 m および n は前述の通りである。]
で表される単位(A1)および下記式

【化37】



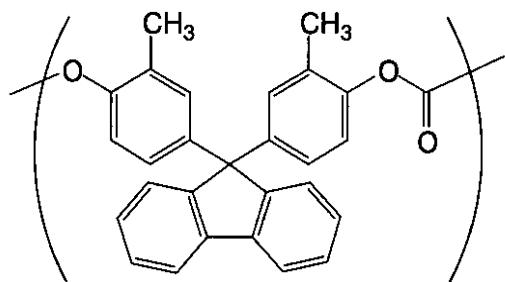
20

で表される単位(B)を含み、単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)が25/75以上40/60未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であることが好ましい。単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)は、より好ましくは30/70以上40/60未満である。

【0078】

フィルム(I)のポリカーボネート共重合体は、下記式

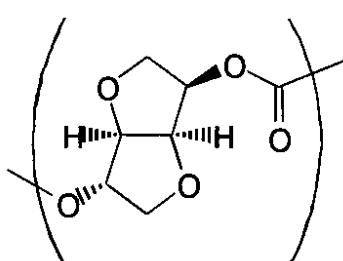
【化38】



30

で表される単位(A2)および下記式

【化39】



40

で表される単位(B1)を含むことが好ましい。単位(A2)と単位(B1)とのモル比(A2/B1)は、好ましくは25/75以上40/60未満、より好ましくは30/70以上40/60未満である。

【0079】

(フィルム(II))

フィルム(II)は、下記式(2)および(3)

50

$$0 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 2 \quad (3)$$

を満たす、いわゆる逆波長分散性を示すフィルムである。フィルム(II)は、液晶表示装置等の位相差フィルムに好適に用いられる。

フィルム(II)は、より好ましくは以下の条件を満たす。

$$0.6 < R(450) / R(550) < 1 \quad (2-1)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 1.40 \quad (3-1)$$

フィルム(II)は、さらに好ましくは以下の条件を満たす。

$$0.65 < R(450) / R(550) < 0.92 \quad (2-2)$$

$$1.01 < R(650) / R(550) < 1.30 \quad (3-2)$$

10

フィルム(II)は、特に好ましくは以下の条件を満たす。

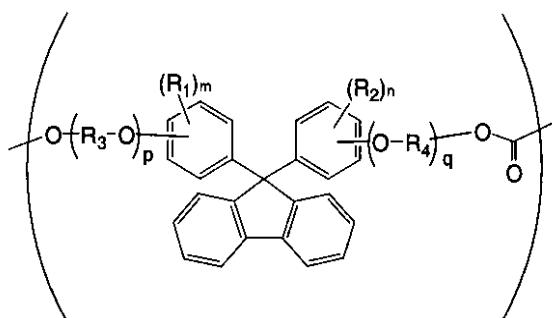
$$0.7 < R(450) / R(550) < 0.91 \quad (2-3)$$

$$1.03 < R(650) / R(550) < 1.20 \quad (3-3)$$

【0080】

フィルム(II)のポリカーボネート共重合体は、下記式

【化40】

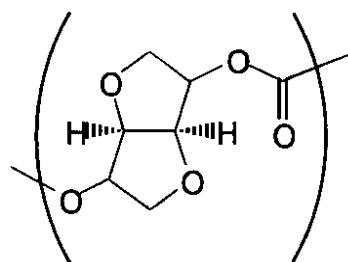


20

[式中、pおよびqは、夫々独立して1以上の整数を示す。R₁、R₂、R₃、R₄、mおよびnは、前述の通りである。]

で表される単位(A3)および下記式

【化41】



30

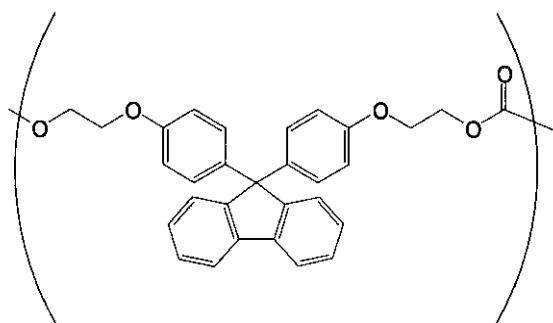
で表される単位(B)を含み、単位(A3)と単位(B)とのモル比(A3/B)が25/75以上65/35未満の範囲であり、光弾性定数の絶対値が25×10⁻¹²Pa⁻¹以下であることが好ましい。単位(A3)と単位(B)とのモル比(A3/B)は、より好ましくは30/70~60/40である。

40

【0081】

フィルム(II)のポリカーボネート共重合体は、下記式

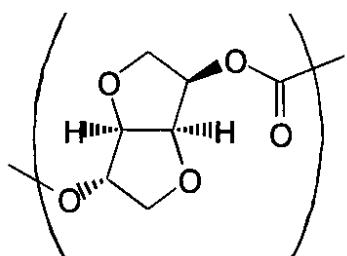
【化42】



10

で表される単位 (A4) および下記式

【化43】



20

で表される単位 (B1) を含むことが好ましい。単位 (A4) と単位 (B1) とのモル比 (A4 / B1) は、好ましくは 25 / 75 以上 65 / 35 未満、より好ましくは 30 / 70 ~ 60 / 40 である。

【0082】

(フィルム (III))

フィルム (III) は以下の (4) ~ (6) の条件を満たす。

$$R(450) < 0 \quad (4)$$

$$-10 < R(550) < 10 \quad (5)$$

$$0 < R(650) \quad (6)$$

フィルム (III) は、より好ましくは以下の条件を満たす。

$$R(450) < 0 \quad (4-1)$$

$$-5 < R(550) < 5 \quad (5-1)$$

$$0 < R(650) \quad (6-1)$$

30

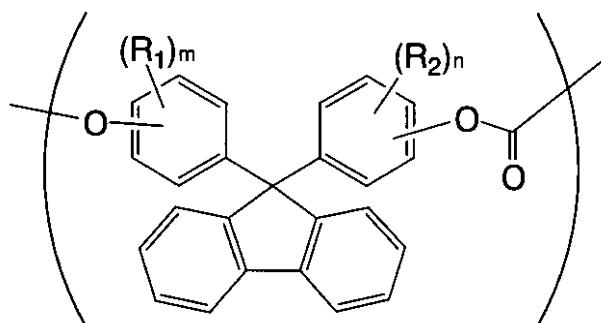
【0083】

フィルム (III) は透明性に優れる。またフィルム (III) は低い光学異方性を有する。即ち、フィルム (III) は、波長 400 ~ 800 nm においてフィルムの面内の位相差値がゼロに近い。従って、液晶表示装置の偏光板の保護フィルムに用いることができる。

【0084】

フィルム (III) のポリカーボネート共重合体は、下記式

【化44】



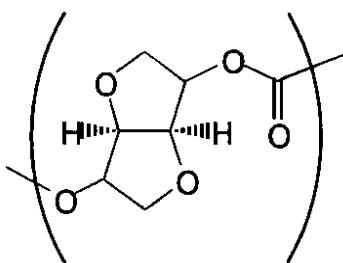
40

[式中、R₁、R₂、m および n は前述の通りである。]

50

で表される単位 (A1) および下記式

【化45】

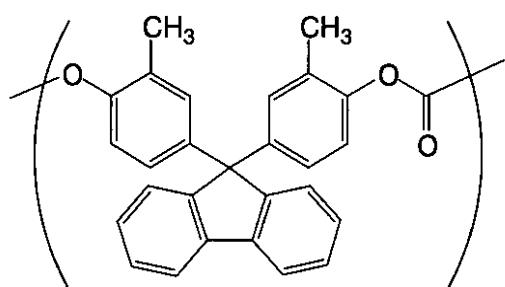


で表される単位 (B) を含み、単位 (A1) と単位 (B) とのモル比 (A1 / B) が 40 / 60 以上 60 / 40 未満であり、光弾性定数の絶対値が $25 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であることが好ましい。単位 (A1) と単位 (B) とのモル比 (A1 / B) は、45 / 55 ~ 55 / 45 であることが好ましい。

【0085】

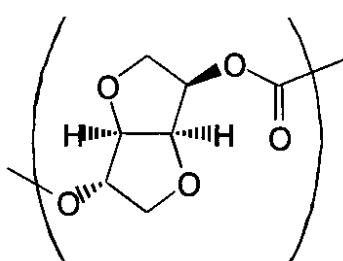
フィルム (III) のポリカーボネート共重合体は、下記式

【化46】



で表される単位 (A2) および下記式

【化47】



で表される単位 (B1) を含むことが好ましい。単位 (A2) と単位 (B1) とのモル比 (A2 / B1) は、好ましくは 40 / 60 以上 60 / 40 未満、より好ましくは 45 / 55 ~ 55 / 45 である。

【0086】

(フィルム (IV))

フィルム (IV) は以下の (4) ~ (6) の条件を満たす。

$$R(450) < 0 \quad (4)$$

$$-10 < R(550) < 10 \quad (5)$$

$$0 < R(650) \quad (6)$$

フィルム (IV) は、より好ましくは以下の条件を満たす。

$$R(450) < 0 \quad (4-1)$$

$$-5 < R(550) < 5 \quad (5-1)$$

$$0 < R(650) \quad (6-1)$$

フィルム (IV) は透明性に優れる。またフィルム (IV) は低い光学異方性を有する。即ち、フィルム (IV) は、波長 400 ~ 800 nm においてフィルムの面内の位相差値がゼロに近い。従って、液晶表示装置の偏光板の保護フィルムに用いることができる。

【0087】

10

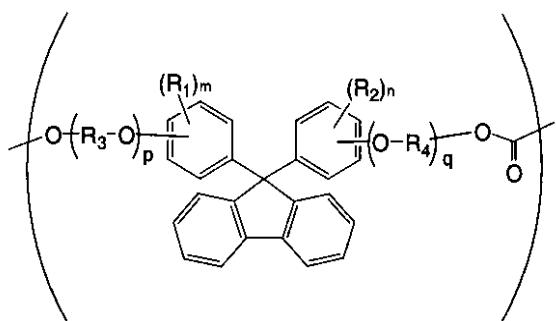
20

30

40

50

フィルム(IV)のポリカーボネート共重合体は、下記式
【化48】

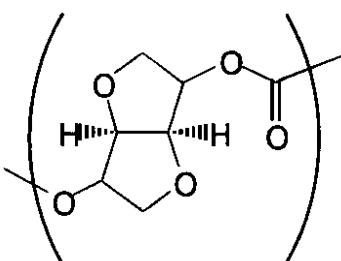


10

[式中、pおよびqは、夫々独立して1以上の整数を示す。R₁、R₂、R₃、R₄、mおよびnは、前述の通りである。]

で表される単位(A3)および下記式

【化49】



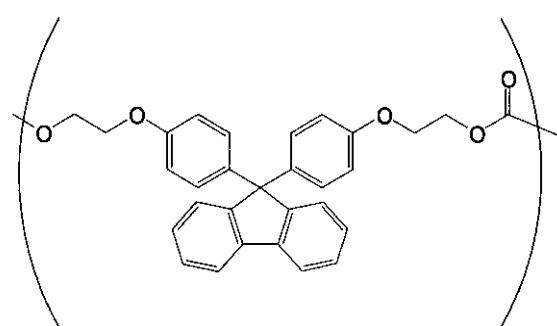
20

で表される単位(B)を含み、単位(A3)と単位(B)とのモル比(A3/B)が65/35以上82/18未満であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であることが好ましい。単位(A3)と単位(B)とのモル比(A3/B)は、好ましくは65/35~80/20である。

【0088】

ポリカーボネート共重合体は、下記式

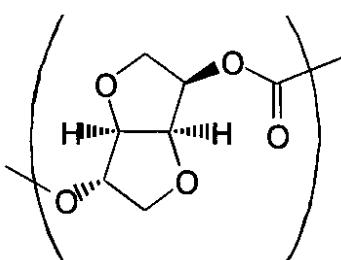
【化50】



30

で表される単位(A4)および下記式

【化51】



40

で表される単位(B1)を含むことが好ましい。単位(A4)と単位(B1)とのモル比(A4/B1)は、好ましくは65/35以上82/18未満、より好ましくは65/35~80/20である。

50

【0089】

(フィルム(V))

フィルム(V)は、好ましくは以下の条件を満たす。

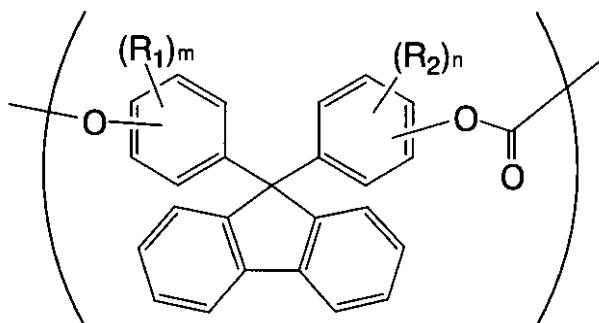
$$R(450) < R(550) < R(650) < 0 \quad (7)$$

フィルム(V)は、負の複屈折性を有するので、インプレーンスイッチング(IPS)モードの液晶表示装置の位相差フィルムに適している。

【0090】

フィルム(V)のポリカーボネート共重合体は、下記式

【化52】



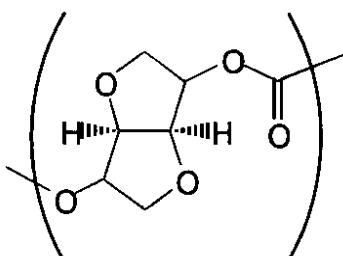
10

[式中、R₁、R₂、mおよびnは前述の通りである。]

20

で表される単位(A1)および下記式

【化53】

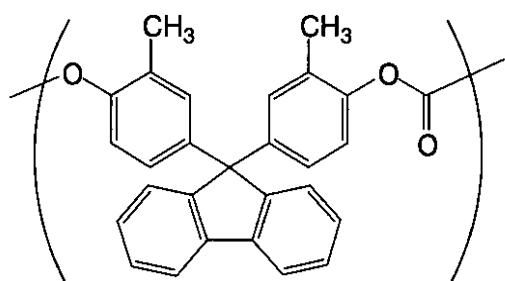
で表される単位(B)を含み、単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)が60/40以上90/10以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であることが好ましい。単位(A1)と単位(B)とのモル比(A1/B)は、好ましくは65/35~90/10である。

30

【0091】

フィルム(V)のポリカーボネート共重合体は、下記式

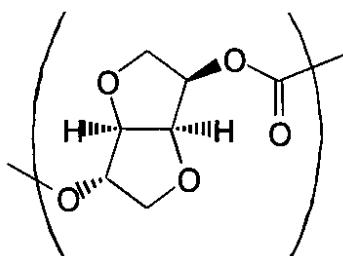
【化54】



40

で表される単位(A2)および下記式

【化55】



で表される単位 (B1) を含むことが好ましい。単位 (A2) と単位 (B1) とのモル比 (A2 / B1) は、好ましくは 60 / 40 以上 90 / 10 以下、より好ましくは 65 / 35 ~ 90 / 10 である。

10

【0092】

(フィルム(VI))

フィルム(VI)は、好ましくは以下の条件を満たす。

$$R(450) < R(550) < R(650) < 0 \quad (7)$$

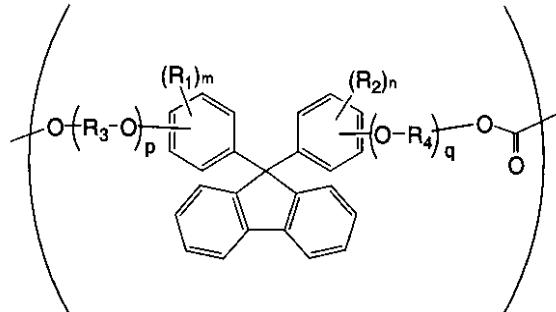
フィルム(VI)は、負の複屈折性を有するので、インプレーンスイッチング(IPS)モードの液晶表示装置の位相差フィルムに適している。

【0093】

フィルム(VI)のポリカーボネート共重合体は、下記式

20

【化56】

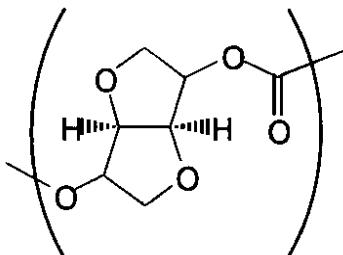


[式中、p および q は、夫々独立して 1 以上の整数を示す。R₁、R₂、R₃、R₄、m および n は、前述の通りである。]

30

で表される単位 (A3) および下記式

【化57】



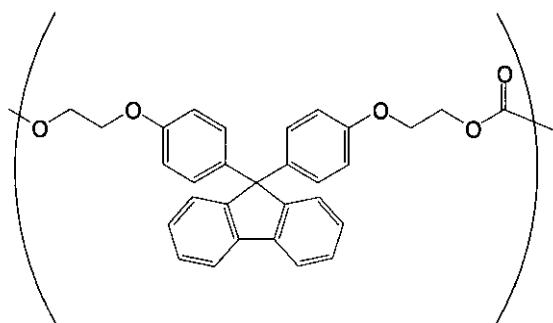
で表される単位 (B) を含み、単位 (A3) と単位 (B) とのモル比 (A3 / B) が 82 / 18 以上 90 / 10 以下であり、光弾性定数の絶対値が $30 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ 以下であることが好ましい。

40

【0094】

フィルム(VI)のポリカーボネート共重合体は、下記式

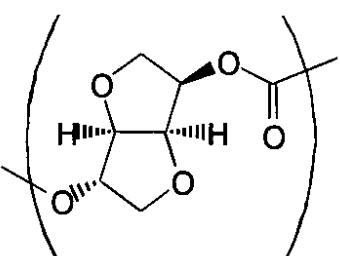
【化58】



10

で表される単位（A4）および下記式

【化59】



20

で表される単位（B1）を含むことが好ましい。単位（A4）と単位（B1）とのモル比（A4/B1）は、好ましくは82/18以上90/10以下である。

【発明の効果】

【0095】

本発明の位相差フィルムは、所望の波長分散特性を持ち、光弾性定数が低く、高度な透明性、加工性に優れたポリカーボネート共重合体樹脂より構成され、延伸処理により所望の波長分散性を有し、一枚で広帯域化可能であり、液晶表示装置用、有機ELディスプレイ用などの位相差フィルムとして極めて有用である。

【実施例】

【0096】

以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、実施例中「部」とは「重量部」を意味する。実施例において使用した使用樹脂および評価方法は以下のとおりである。

30

【0097】

1. 光弾性定数測定

フィルムの中央部分から長さ50mm、幅10mmの試験片を切り出し、日本分光（株）製 Spectroelipsometer M-220を使用し光弾性定数を測定した。

40

【0098】

2. 位相差、波長分散性測定

フィルムの中央部分から長さ100mm、幅70mmの試験片を切り出し、Tg+10の延伸温度で2.0倍縦延伸し、得られたフィルムを日本分光（株）製 Spectroelipsometer M-220を使用し位相差波長分散性を測定した。

40

【0099】

3. Tg（ガラス転移温度）測定

ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン（株）製2910型DSCを使用し、窒素雰囲気下、昇温速度20 / minにて測定した。

【0100】

4. ポリマー組成比（NMR）

日本電子社製JNM-AL400のプロトンNMRにて測定し、ポリマー組成比を算出した。

50

【0101】

5. 粘度平均分子量

粘度平均分子量は塩化メチレン 100 mL にポリカーボネート樹脂 0.7 g を溶解し 20 の溶液で測定した。求めた比粘度 (η_{sp}/c) を次式に挿入して求めた。

$$\eta_{sp}/c = [] + 0.45 \times [] \text{ 2 c} \quad (\text{但し } [] \text{ は極限粘度})$$

$$[] = 1.23 \times 10^{-4} \text{ M}^{0.83}$$

$$c = 0.7$$

【0102】

[実施例 1]

<ポリカーボネート共重合体の製造>

10

イソソルビド（以下 ISS と略す）72.32部、9,9-ビス（4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル）フルオレン（以下 BCF と略す）80.24部、ジフェニルカーボネート 154.61部、および触媒としてテトラメチルアンモニウムヒドロキシド 1.8×10^{-2} 部と水酸化ナトリウム 1.6×10^{-4} 部を窒素雰囲気下 180 に加熱し溶融させた。その後、30分かけて減圧度を 13.4 kPa に調整した。その後、20 / hr の速度で 260 まで昇温を行い、10分間その温度で保持した後、1時間かけて減圧度を 133 Pa 以下とした。合計 6 時間攪拌下で反応を行った。

【0103】

反応終了後、触媒量の 4 倍モルのデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩を添加し、触媒を失活した後、反応槽の底より窒素加圧下吐出し、水槽で冷却しながら、ペレタイザーでカットしてペレットを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 19600 であった。NMR より組成比を測定した。組成比は BCF / ISS = 29.8 / 70.2 であり仕込み比とのずれは 0.2 と小さかった。

20

【0104】

<光学フィルムの製造>

次に、（株）テクノベル製 15 二軸押出混練機に幅 150 mm、リップ幅 500 μm の T ダイとフィルム引取り装置を取り付け、得られたポリカーボネート共重合体をフィルム成形することにより透明な押し出しフィルムを得た。得られたフィルムの中央部付近の厚み $6.8 \pm 0.8 \mu\text{m}$ である部分より 50 mm × 10 mm サイズのサンプルを切り出し、そのサンプルを用いて光弾性定数、Tg を測定した。また、同様にして切り出した長さ 100 mm × 幅 70 mm サイズのサンプルを 196 (Tg + 10) にて長さ方向に 2.0 倍で一軸延伸し、長さ 200 mm × 幅 56 mm、厚み 4.9 μm の延伸フィルムを得た。この延伸フィルムの位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが 0.2 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表 1 に示す。

30

【0105】

[実施例 2]

<ポリカーボネート共重合体の製造>

ISS 68.19部、BCF 90.94部、ジフェニルカーボネート 154.61部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 19200 であった。また NMR より組成比を測定した。組成比は BCF / ISS = 33.7 / 67.3 であり仕込み比とのずれは 0.3 と小さかった。

40

【0106】

<光学フィルムの製造>

この共重合体をメチレンクロライドに溶解させ、固形分濃度 19 重量 % のドープを作製した。このドープ溶液から公知の方法によりキャストフィルム（厚み $8.1 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作製した。得られたフィルムの中央部付近の厚み $8.0 \pm 0.8 \mu\text{m}$ である部分より 50 mm × 10 mm サイズのサンプルを切り出し、そのサンプルを用いて光弾性係数、Tg を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に Tg + 10 にて 2.0 倍で一軸延伸し、長さ 200 mm × 幅 57 mm、厚み 6.2 μm の延伸フィルムを得た。組成比と仕込み比の

50

ずれが 0 . 2 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。実施例 1 と同様に位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表 1 に示す。

【 0 1 0 7 】

[実施例 3]

< ポリカーボネート共重合体樹脂の製造 >

I S S 7 2 . 3 2 部、9 , 9 - ビス [4 - (2 - ヒドロキシエトキシ) フェニル] フルオレン（以下 B P E F と略す）9 3 . 0 9 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 6 0 0 であった。また N M R より組成比を測定した。組成比は B P E F / I S S = 2 9 . 8 / 7 0 . 2 であり仕込み比とのずれは 0 . 2 と小さかった。10

【 0 1 0 8 】

< 光学フィルムの製造 >

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8 3 \pm 0 . 8 \mu m$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 mm × 幅 5 7 mm 、厚み 6 4 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが 0 . 2 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表 1 に示す。

【 0 1 0 9 】

[実施例 4]

< ポリカーボネート共重合体樹脂の製造 >

I S S 6 1 . 9 9 部、9 , 9 - ビス [4 - (2 - ヒドロキシエトキシ) フェニル] フルオレン（以下 B P E F と略す）1 2 4 . 1 2 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 4 0 0 であった。また N M R より組成比を測定した。組成比は B P E F / I S S = 3 9 . 8 / 6 0 . 2 であり仕込み比とのずれは 0 . 2 と小さかった。20

【 0 1 1 0 】

< 光学フィルムの製造 >

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8 4 \pm 0 . 8 \mu m$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 mm × 幅 5 7 mm 、厚み 6 4 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが 0 . 2 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表 1 に示す。30

【 0 1 1 1 】

[実施例 5]

< ポリカーボネート共重合体樹脂の製造 >

I S S 5 1 . 6 6 部、BPEF 1 5 5 . 1 5 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 0 0 0 であった。また N M R より組成比を測定した。組成比は B P E F / I S S = 4 9 . 8 / 5 0 . 2 であり仕込み比とのずれは 0 . 2 と小さかった。40

【 0 1 1 2 】

< 光学フィルムの製造 >

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8 2 \pm 0 . 8 \mu m$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 mm × 幅 5 7 mm 、厚み 6 2 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが 0 . 2 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表 1 に示す。

【 0 1 1 3 】

10

20

30

40

50

[実施例 6]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 4 1 . 3 3 部、B P E F 1 8 6 . 1 8 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 2 0 0 であった。また N M R より組成比を測定した。組成比は B P E F / I S S = 5 9 . 7 / 4 0 . 3 であり仕込み比とのずれは 0 . 3 と小さかった。

【0 1 1 4】

<光学フィルムの製造>

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8.3 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 m m × 幅 5 7 m m、厚み 6 3 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが 0 . 3 と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表 1 に示す。

10

【0 1 1 5】

[実施例 7]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 5 1 . 6 6 部、B C F 1 3 3 . 7 4 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 8 9 0 0 であった。

20

【0 1 1 6】

<光学フィルムの製造>

この共重合体をメチレンクロライドに溶解させ、固形分濃度 1 9 重量 % のドープを作製した。このドープ溶液から公知の方法によりキャストフィルム（厚み $8.1 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作製した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 m m × 幅 5 7 m m、厚み 6 2 μm の延伸フィルムを得た。実施例 1 と同様に位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表 2 に示す。

【0 1 1 7】

[実施例 8]

30

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 3 0 . 9 9 部、B P E F 2 1 7 . 2 1 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 0 0 0 であった。

【0 1 1 8】

<光学フィルムの製造>

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8.3 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0 にて 2 . 0 倍で一軸延伸し、長さ 2 0 0 m m × 幅 5 7 m m、厚み 6 3 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表 2 に示す。

40

【0 1 1 9】

[実施例 9]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 2 0 . 6 6 部、B P E F 2 4 8 . 2 4 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例 1 と全く同様の操作を行い、芳香族 - 脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は 1 9 2 0 0 であった。

【0 1 2 0】

<光学フィルムの製造>

次に実施例 1 と同様にしてフィルム（厚み $8.1 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、T g を実施例 1 と同様に評価した。実施例 1 と同様に T g + 1 0

50

にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅57mm、厚み62μmの延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表2に示す。

【0121】

[実施例10]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 1 5 . 5 部、B C F 2 2 7 . 3 6 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例1と全く同様の操作を行い、芳香族・脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は16500であった。

【0122】

<光学フィルムの製造>

この共重合体をメチレンクロライドに溶解させ、固形分濃度19重量%のドープを作製した。このドープ溶液から公知の方法によりキャストフィルム（厚み $80 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作製した。得られたフィルムの光弾性係数、Tgを実施例1と同様に評価した。実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅57mm、厚み63μmの延伸フィルムを得た。実施例1と同様に位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表3に示す。

【0123】

[実施例11]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

I S S 1 0 . 3 3 部、B P E F 2 7 9 . 2 7 部、ジフェニルカーボネート 1 5 4 . 6 1 部を用いた他は、実施例1と全く同様の操作を行い、芳香族・脂肪族共重合ポリカーボネートを得た。得られたペレットの粘度平均分子量は19200であった。

【0124】

<光学フィルムの製造>

次に実施例1と同様にしてフィルム（厚み $85 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、Tgを実施例1と同様に評価した。実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅57mm、厚み65μmの延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表3に示す。

【0125】

[比較例1]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

温度計、攪拌機、還流冷却器を備えた反応器にイオン交換水9809部、48%水酸化ナトリウム水溶液2271部を加え、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン1775部及びナトリウムハイドロサルファイト3.5部を溶解し、塩化メチレン7925部を加えた後、攪拌しながら16~20にてホスゲン1000部を60分を要して吹き込んだ。ホスゲン吹き込み終了後、p-t e r t - ブチルフェノール52.6部と48%水酸化ナトリウム水溶液327部を加え、さらにトリエチルアミン1.57部を添加して20~27で40分間攪拌して反応を終了した。生成物を含む塩化メチレン層を希塩酸、純水にて洗浄後、塩化メチレンを蒸発させポリカーボネート樹脂を得た。得られたパウダーの粘度平均分子量は15500であった。

【0126】

<光学フィルムの製造>

得られたポリカーボネート樹脂を15二軸押し出し混練機によりペレット化した。次に実施例1と同様にしてフィルム（厚み $58 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ）を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、Tgを実施例1と同様に評価した。フィルムについては実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅56mm、厚み41μmの延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表1、表2に示す。本フィルムは光弾性係数が $80 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ と高く、応力による複屈折が大きい。そのため、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こり、好ましくない。また、波長分散性が正分散であるため、広帯域において/4とならず、色抜けなどが問題とな

10

20

30

40

50

る。

【0127】

[比較例2]

<ポリカーボネート共重合体樹脂の製造>

温度計、攪拌機、還流冷却器を備えた反応器にイオン交換水9809部、48%水酸化ナトリウム水溶液2271部を加え、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン585部、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレン1969部及びナトリウムハイドロサルファイト4.5部を溶解し、塩化メチレン6604部を加えた後、攪拌しながら16~20にてホスゲン1000部を60分を要して吹き込んだ。ホスゲン吹き込み終了後、p-tert-ブチルフェノール70部と48%水酸化ナトリウム水溶液327部を加え、さらにトリエチルアミン1.57部を添加して20~27で40分間攪拌して反応を終了した。生成物を含む塩化メチレン層を希塩酸、純水にて洗浄後、塩化メチレンを蒸発させフルオレン骨格を有するポリカーボネート樹脂を得た。得られたパウダーの粘度平均分子量は38200であった。またNMRより組成比を測定した。組成比はBPA/BCF=32.8/67.2であり仕込み比とのずれは0.2と小さかった。10

【0128】

<光学フィルムの製造>

次に実施例2と同様にしてフィルム(厚み141±0.8μm)を作成した。得られたフィルムの光弾性係数、Tgを実施例1と同様に評価した。フィルムについては実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅56mm、厚み100μmの延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが0.2と小さいため、波長分散には影響がでなかった。結果を表1に示す。本フィルムは光弾性係数が 44×10^{-12} Pa⁻¹と高く、応力による複屈折が大きい。そのため、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こり、好ましくない。20

【0129】

[比較例3]

<ポリカーボネート共重合体の製造>

ISS7.67部、スピログリコール24.2部、BCF6.81部、ジフェニルカーボネート32.45部を用いた他は、実施例1と全く同様の操作を行い、ポリカーボネート共重合体を得た。得られたペレットの粘度平均分子量は16300であった。またNMRより組成比を測定した。組成比はISS/SPG/BCF=34.6/52.6/12.8であり仕込み比とのずれは0.8と大きかった。30

【0130】

<光学フィルムの製造>

次に実施例1と同様にしてフィルム(厚み78(±0.8)μm)を作成した。得られたフィルムの光弾性定数を実施例1と同様に評価した。実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅57mm、厚み48μmの延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。組成比と仕込み比のずれが0.8と大きいため、波長分散の制御が困難であった。結果を表1に示す。40

【0131】

[比較例4]

<ポリカーボネート共重合体の製造>

温度計、攪拌機、還流冷却器を備えた反応器にイオン交換水9809部、48%水酸化ナトリウム水溶液2271部を加え、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン461部、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレン2175部およびナトリウムハイドロサルファイト4.5部を溶解し、塩化メチレン6604部を加えた後、攪拌しながら16~20にてホスゲン1000部を60分を要して吹き込んだ。ホスゲン吹き込み終了後、p-tert-ブチルフェノール70部と48%水酸化ナトリウム水溶液327部を加え、さらにトリエチルアミン1.57部を添加して20~2750

で40分間攪拌して反応を終了した。生成物を含む塩化メチレン層を希塩酸、純水にて洗浄後、塩化メチレンを蒸発させフルオレン骨格を有するポリカーボネート共重合体を得た。NMRより組成比を測定した。得られたパウダーの粘度平均分子量は38200であった。

【0132】

<光学フィルムの製造>

次に実施例2と同様にしてフィルム(厚み164(± 0.8) μm)を作成した。得られたフィルムの光弾性定数を実施例1と同様に評価した。フィルムについては実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅56mm、厚み10 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表2に示す。本フィルムは光弾性定数が $4.2 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ と高く、応力による複屈折が大きい。そのため、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こり、好ましくない。

10

【0133】

[比較例5]

<ポリカーボネート共重合体の製造>

温度計、攪拌機、還流冷却器を備えた反応器にイオン交換水9809部、48%水酸化ナトリウム水溶液2271部を加え、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン337部、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレン2280部およびナトリウムハイドロサルファイト4.5部を溶解し、塩化メチレン6604部を加えた後、攪拌しながら16~20にてホスゲン1000部を60分を要して吹き込んだ。ホスゲン吹き込み終了後、p-tert-ブチルフェノール70部と48%水酸化ナトリウム水溶液327部を加え、さらにトリエチルアミン1.57部を添加して20~27

20

で40分間攪拌して反応を終了した。生成物を含む塩化メチレン層を希塩酸、純水にて洗浄後、塩化メチレンを蒸発させフルオレン骨格を有するポリカーボネート共重合体を得た。NMRより組成比を測定した。

【0134】

<光学フィルムの製造>

次に実施例2と同様にしてフィルム(厚み164(± 0.8) μm)を作成した。得られたフィルムの光弾性定数を実施例1と同様に評価した。フィルムについては実施例1と同様にTg+10にて2.0倍で一軸延伸し、長さ200mm×幅56mm、厚み10 μm の延伸フィルムを得、位相差測定、波長分散性を測定した。結果を表3に示す。本フィルムは光弾性定数が $3.8 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ と高く、応力による複屈折が大きい。そのため、位相差フィルムとして使用する場合に光抜けが起こり、好ましくない。

30

【0135】

【表1】

	BCF mol%	BPEF mol%	ISS mol%	BPA mol%	SPG mol%	T _g °C	R(550) nm	R(450)/ R(550)	R(650)/ R(550)	光弾性定数 10^{-12}Pa	粘度平均分子量	BCF仕込み比と 組成比の差	フィルム 製造方法
実施例1 30	-	70	-	-	-	186	195	0.896	1.041	19	19600	0.2	溶融製膜法
実施例2 34	-	66	-	-	-	189	179	0.838	1.081	20	19200	0.3	キャスト法
実施例3 -	30	70	-	-	-	159	195	0.984	1.012	19	19600	0.2	溶融製膜法
実施例4 -	40	60	-	-	-	158	153	0.906	1.035	21	19400	0.2	溶融製膜法
実施例5 -	50	50	-	-	-	157	140	0.835	1.070	23	19000	0.2	溶融製膜法
実施例6 -	60	40	-	-	-	156	124	0.706	1.090	25	19200	0.3	溶融製膜法
比較例1 -	-	100	-	148	248	1.080	1.070	0.970	0.970	80	15500	-	溶融製膜法
比較例2 67	-	-	33	-	225	178	0.810	1.070	44	38200	0.2	キャスト法	
比較例3 12	-	35	-	53	138	132	0.946	1.014	13	16300	0.8	溶融製膜法	

【0 1 3 6】

【表2】

	BCF mol%	BPEF mol%	ISS mol%	BPA mol%	T _g °C	光弾性係数 10^{-12} Pa^{-1}	R(450) nm	R(550) nm	R(650) nm	粘度平均分 子量	フィルム 製造方法
実施例7	50	-	50	-	199	22	-3	5	8	18900	キャスト法
実施例8	-	70	30	-	155	27	-8	0	3	19000	溶融製膜法
実施例9	-	80	20	-	154	28	-11	-3	1	19200	溶融製膜法
比較例1	-	-	-	100	148	80	268	248	241	15500	溶融製膜法
比較例4	74	-	-	26	234	42	-44	0	16	38200	キャスト法

10

20

30

40

【0 1 3 7】

【表3】

	BCF mol%	BPEF mol%	ISS mol%	BPA mol%	光弹性系数 10^{-12} Pa^{-1}	R(450) nm	R(550) nm	R(650) nm	粘度平均分 子量	フィルム 製造方法
実施例10	85	-	15	-	28	-181	-141	-131	16500	キャスト法
実施例11	-	90	10	-	29	-104	-71	-58	19200	溶融製膜法
比較例5	81	-	-	19	38	-118	-100	-95	35200	キャスト法

フロントページの続き

F ターム(参考) 2H149 AA02 AB06 AB26 BA02 DA02 DA04 DA12 DA18 DB24 EA03
FA13Y FD08
2H191 FA22X FA22Z FA30X FA30Z FA40X FA94X FA94Z FC08 FC09 HA15
LA13 PA42 PA43 PA44 PA45 PA53
4F071 AA50 AA81 AA86 AF29Y AF35Y AH19 BA01 BC01 BC17
4J029 AA09 AB01 AB07 AC02 AD10 AE03 AE04 BB11B BF30 HA01
HC05A KB02 KE05