

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7592048号  
(P7592048)

(45)発行日 令和6年11月29日(2024.11.29)

(24)登録日 令和6年11月21日(2024.11.21)

(51)国際特許分類		F I		
G 0 2 B	5/30 (2006.01)	G 0 2 B	5/30	
B 2 9 C	48/08 (2019.01)	B 2 9 C	48/08	
B 2 9 C	48/88 (2019.01)	B 2 9 C	48/88	
B 2 9 C	55/02 (2006.01)	B 2 9 C	55/02	
C 0 8 J	5/18 (2006.01)	C 0 8 J	5/18	C E X
請求項の数 14 (全17頁)				
(21)出願番号	特願2022-102103(P2022-102103)	(73)特許権者	591057290	
(22)出願日	令和4年6月24日(2022.6.24)		長春石油化学股 分 有限公司	
(65)公開番号	特開2023-145299(P2023-145299		台湾台北市中山區松江路3 0 1 號7 樓	
	A)	(74)代理人	100120031	
(43)公開日	令和5年10月11日(2023.10.11)		弁理士 宮嶋 学	
審査請求日	令和4年6月24日(2022.6.24)	(74)代理人	100120617	
審判番号	不服2023-20880(P2023-20880/J		弁理士 浅野 真理	
	1)	(74)代理人	100126099	
審判請求日	令和5年12月7日(2023.12.7)		弁理士 反町 洋	
(31)優先権主張番号	111111669	(72)発明者	チーエン、シャオウエン	
(32)優先日	令和4年3月28日(2022.3.28)		台湾台北市松江路3 0 1 號7 樓	
(33)優先権主張国・地域又は機関	台湾(TW)	(72)発明者	チェン、チアイン	
			台湾台北市松江路3 0 1 號7 樓	
		合議体		
		審判長	檀本 英吾	
				最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリビニルアルコールフィルム、それにより製造された光学フィルム及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリビニルアルコールフィルムであって、幅方向に均等に裁断して複数枚のポリビニルアルコールフィルムにし、膨潤・延伸した後の添加剤残留量の標準偏差が0.05～0.60であり、含水率が1.0～5.0wt%である、ポリビニルアルコールフィルム：

前記膨潤・延伸は、前記複数枚のポリビニルアルコールフィルムを水中で4.3cm/minの速度で延伸して、長さを2倍にするものであり、

前記添加剤残留量は、計算式： $(W3 - W4) / W3 \times 100\%$ （式中、W3は、前記ポリビニルアルコールフィルムを前記膨潤・延伸し、乾燥した後の重量であり、W4は、前記ポリビニルアルコールフィルムを前記膨潤・延伸し、乾燥した後に、純水内に入れて5分間攪拌してから再び乾燥した後の重量である）から取得したものである。

【請求項 2】

前記複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の添加剤残留量平均値は、1.40～4.15wt%である、請求項1に記載のポリビニルアルコールフィルム。

【請求項 3】

前記複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の遅相軸角度の標準偏差は、0.30～2.79である、請求項1に記載のポリビニルアルコールフィルム。

【請求項 4】

前記複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の遅相軸角度の平均値は、89.00～91.00である、請求項1に記載のポリビニルアルコールフィルム。

## 【請求項 5】

前記ポリビニルアルコールフィルムは、6～15wt%の添加剤初期含有量を有する、請求項1に記載のポリビニルアルコールフィルム。

## 【請求項 6】

前記ポリビニルアルコールフィルムの重合度は、1800～3000である、請求項1に記載のポリビニルアルコールフィルム。

## 【請求項 7】

請求項1～6のいずれか1項に記載のポリビニルアルコールフィルムにより製造されたものである、光学フィルム。

## 【請求項 8】

偏光フィルムである、請求項7に記載の光学フィルム。

## 【請求項 9】

前記フィルムが有する偏光度は99.8%以上である、請求項8に記載の光学フィルム。

## 【請求項 10】

請求項1～6のいずれか1項に記載のポリビニルアルコールフィルムを製造する方法であって、

(a) ポリビニルアルコール系樹脂、可塑剤、界面活性剤及び水を攪拌し、且つ100超の溶解温度まで加熱して2～4時間温度を維持し、且つ攪拌方向を1時間に少なくとも3回反転させて、ポリビニルアルコール鑄造溶液を形成する工程と、

(b) 前記ポリビニルアルコール鑄造溶液を鑄造ドラムに鑄込み、乾燥して予備成形フィルムを調製する工程と、

(c) 前記予備成形フィルムを高温から低温へと温度が徐々に下がる複数本の加熱ローラに接触させた後、複数のセクションを備えた乾燥器に進入させて熱処理を行う工程と、を含み、

前記乾燥器の温度の標準偏差(幅方向沿い)は0.93～3.00であり、且つ前記乾燥器内における前記ポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差は5以下である、ポリビニルアルコールフィルムの製造方法。

## 【請求項 11】

前記工程(a)の溶解温度は130～140である、請求項10に記載の製造方法。

## 【請求項 12】

前記工程(a)の前記ポリビニルアルコール鑄造溶液中の前記ポリビニルアルコール系樹脂濃度は20.0～40.0%である、請求項10に記載の製造方法。

## 【請求項 13】

前記界面活性剤の最終含有量は0.10～0.20wt%である、請求項10に記載の製造方法。

## 【請求項 14】

前記工程(c)の乾燥器は、フローティング型ドライヤーである、請求項10に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、光学フィルムの製造、特に偏光フィルムの製造に用い得る、ポリビニルアルコール(polyvinyl alcohol, PVA)フィルムに関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ポリビニルアルコール(polyvinyl alcohol, PVA)フィルムは、ポリビニルアルコールポリマーと可塑剤が含まれた水溶液を塗布、乾燥して得られる一種の親水性材料であり、高い透明性、機械的強度、水溶性、良好な加工性などの性能を有し、包装材料や偏光フィルムなどの電子製品の光学フィルムにおいて広く用いられている。

## 【0003】

ポリビニルアルコールフィルムを偏光工程で加工して得られる偏光フィルムは、特定方向の光線だけを通過させる特性を有しており、これによって通過する光線の明暗度をコントロールすることができる。この特性に基づき、偏光フィルムは各種のディスプレイや眼鏡、ウェアラブルデバイスに使われている。偏光フィルムを製造する工程には膨潤、延伸及び染色などが含まれる。具体的には、ポリビニルアルコールフィルムを溶液中に入れて前述の工程を行うが、染料分子をポリビニルアルコールフィルムのポリビニルアルコール分子間に拡散進入させて規則的に配列することで、偏光フィルムがその配列方向に平行な光成分を吸収できるようにし、垂直方向の光成分は透過させて、偏光を有する特性が生じるようにさせる。

#### 【 0 0 0 4 】

良好な光学特性を提供するうえで理想的な偏光フィルムは、色が均一で、色斑が少なく、皺がなく、色相効果が良いなどの特性を有していなければならない。そのため、従来技術では、ポリビニルアルコールの構造を調節したり、官能基（例えばカチオン基）を加えたりするなどの方法を用いて、粘度や鹸化度を変えることや、可塑剤含有量を調節することによって光学性質を向上させるのが一般的であった。

#### 【発明の概要】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【 0 0 0 5 】

従来技術では、ポリビニルアルコールフィルムから光学フィルムを製造する際、完成品に染色斑が発生するという問題がよく生じていた。本発明者は、前述の問題が引き起こされる原因はおそらく、ポリビニルアルコールフィルムを光学フィルムの製造に用いる際に添加剤を混合しなければならないが、添加剤がポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸の工程後に析出され、一部がフィルム上に残留するためであることに気づいた。例えば、添加剤が析出される量の分布が不均一である場合には、後の染色時にヨウ化物イオンがフィルム上に均一に付着できず、染色が不均一になる状態を招いてしまう。

#### 【 0 0 0 6 】

さらに、本発明者は、特定の理論に限定されるものではないが、上述の状況には数多くの要素も関係しており、例えば、ポリビニルアルコールフィルムの製造過程中、予備成形フィルムが加熱ローラを経た後に乾燥を行う乾燥器の温度標準偏差や、乾燥器内における予備成形フィルムの上下表面の温度差などの要素はいずれもフィルム体が膨潤を経た後に添加剤が析出されて残留する量に少なくとも部分的には影響を与えることに気づいた。

#### 【 0 0 0 7 】

さらに、本発明者は、ポリビニルアルコールフィルムから光学フィルムを製造する際の、膨潤・延伸後の遅相軸角度が偏光フィルム完成品の偏光度と関係していることに気づいた。また、特定の理論に限定されるものではないが、本発明者は、ポリビニルアルコールフィルムの調製過程中には上述の状況に影響を与える複数の要素があると考えた。例えば、ポリビニルアルコール系樹脂、可塑剤及び水を加熱して溶解する際の攪拌温度、攪拌方向の転換頻度、及び界面活性剤の添加などの要素である。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【 0 0 0 8 】

そこで、上述の問題を解決するために、本発明は、ポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における添加剤残留量の標準偏差を一定の範囲内に調節することによってポリビニルアルコールフィルムを提供するが、それは染色が均一な光学フィルムの製造に用いられる。さらに、本発明は、ポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の遅相軸角度を一定の範囲内に調節することによってポリビニルアルコールフィルムを得るが、それによって調製された偏光フィルムは良好な偏光度を具備する。

#### 【 0 0 0 9 】

具体的には、本発明の一実施態様において提供されるポリビニルアルコールフィルムは、幅方向に均等に裁断した複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の添加剤残留量の標準偏差が 0.05 ~ 0.60 である。上述の膨潤・延伸については、複数枚

10

20

30

40

50

のポリビニルアルコールフィルムを水中で  $4.3 \text{ cm/min}$  の速度で延伸して、長さを2倍にした。上述の添加剤残留量は、計算式： $(W3 - W4) / W3 \times 100\%$  により得た。式中、 $W3$  は、ポリビニルアルコールフィルムを膨潤・延伸し、乾燥した後の重量であり、 $W4$  は、ポリビニルアルコールフィルムを膨潤・延伸し、乾燥した後に、純水内に入れて5分間攪拌してから再び絶乾した後の重量である。

【0010】

好ましい実施形態において、複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における添加剤残留量平均値は  $1.40 \sim 4.15 \text{ wt}\%$  である。

【0011】

好ましい実施形態において、複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における遅相軸角度の標準偏差は、 $0.30 \sim 2.79$  である。

10

【0012】

好ましい実施形態において、複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における遅相軸角度の平均値は、 $89.00 \sim 91.00$  である。

【0013】

好ましい実施形態において、ポリビニルアルコールフィルムは、 $6 \sim 15 \text{ wt}\%$  の添加剤初期含有量を有する。

【0014】

好ましい実施形態において、ポリビニルアルコールフィルムの重合度は  $1800 \sim 3000$  である。

20

【0015】

好ましい実施形態において、ポリビニルアルコールフィルムの含水率は  $1.0 \sim 5.0 \text{ wt}\%$  である。

【0016】

本発明の別の実施態様において提供される光学フィルムは、上述のポリビニルアルコールフィルムで製造されたものである。

【0017】

好ましい実施形態において、光学フィルムは偏光フィルムである。好適には、偏光フィルムは  $99.8\%$  以上の偏光度を有する。

【0018】

30

本発明のさらに別の実施態様において提供されるポリビニルアルコールフィルムの製造方法は、以下の工程を含む。

(a) ポリビニルアルコール系樹脂、界面活性剤、可塑剤及び水を攪拌し、且つ  $100$  超の溶解温度まで加熱して  $2 \sim 4$  時間温度を維持し、且つ攪拌方向を1時間に少なくとも3回反転させて、ポリビニルアルコール鑄造溶液を形成する。

(b) ポリビニルアルコール鑄造溶液を鑄造ドラムに鑄込み、乾燥して予備成形フィルムを調製する。

(c) 予備成形フィルムを高温から低温へと温度が徐々に下がる複数本の加熱ローラに接触させた後、複数のセクションを備えた乾燥器に進入させて熱処理を行う。そのうち、乾燥器の温度の標準偏差(幅方向沿い)は  $0.93 \sim 3.00$  であり、且つ乾燥器内におけるポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差は  $5$  以下である。

40

【0019】

好ましい実施形態において、工程(a)の溶解温度は  $130 \sim 140$  である。

【0020】

好ましい実施形態において、工程(b)のポリビニルアルコール鑄造溶液中のポリビニルアルコール系樹脂濃度は  $20.0 \sim 40.0\%$  である。

【0021】

好ましい実施形態において、界面活性剤の最終含有量は  $0.10 \sim 0.20 \text{ wt}\%$  である。

【0022】

50

好ましい実施形態において、工程（c）の乾燥器は、フローティング型ドライヤーである。

【発明の効果】

【0023】

本発明の上述の特定に基づいて提供されるポリビニルアルコールフィルムは、均一に染色することができ、いっそう良好な偏光度を具備する。また、本発明の特定内容は、上述のポリビニルアルコールフィルムをより正確に調節・製造するのに用い得る。

【図面の簡単な説明】

【0024】

本発明の上述及び他の目的、特徴、優位点並びに実施例をより明解にするため、図面について以下の通り説明する。

【図1】本発明の1つの実施例に基づくポリビニルアルコールフィルム製造工程の概念図である。

【図2】本発明の1つの実施例に基づくポリビニルアルコールフィルム製造装置の概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0025】

本明細書において、図における各種特徴や構成要素の比率については実際の比率ではなく、本発明に関する具体的な特徴や構成要素を最適な方式で示すため、慣例の作業方式を基にした作図方式により描いている。また、別々の図において、同一又は類似の構成要素符合は、類似の構成要素や部材を指している。

【0026】

本発明をより詳細且つ不備なく叙述するため、以下に本発明の実施形態及び具体的な実施例について説明した記述を提出するが、それらは本発明を実施又は応用する具体的な実施例の唯一の形態ではない。本明細書及び添付する請求項において、別途文脈に記載がない限り、「1つ」及び「当該」という用語は複数であると解釈し得る。また、本明細書及び添付する請求項において、別途に記載がない限り、「ある物の上に設置される」とは、直接又は間接的にある物の表面と貼り付けられるか、その他の形態で接触すると見なすことができ、表面の画定は明細書の内容の前後／段落の含意及び本明細書が属する分野における通常の知識により判断されるものとする。

【0027】

本発明を特定する数値範囲やパラメータはいずれもおおよその数値ではあるが、具体的な実施例における関連数値は可能な限り精確に示している。しかしながら、如何なる数値であれ、個別の試験方法に起因する標準偏差を含むことは本質的に不可避である。これにおいて、「約」は一般的に、実際の数値が特定の数値又は範囲の $\pm 10\%$ 、 $5\%$ 、 $1\%$ 又は $0.5\%$ 以内であることを指す。或いは、「約」という用語は、本発明が属する分野の当業者によって考慮・判断される場合、実際の数値が平均値の許容可能な標準誤差内にあることを意味する。従って、反対の説明がない限り、本明細書及び添付する請求項が開示する数値のパラメータはいずれも近似値であり、必要に応じて変化すると見なし得る。少なくとも、それらの数値のパラメータは、指し示される有効な桁数と通常の桁上げ法方法を適用することによって得た数値であると解釈されるべきである。

【0028】

本発明が提供するポリビニルアルコールフィルムは、幅方向に均等に裁断して複数枚にし、膨潤・延伸した後の添加剤残留量の標準偏差が $0.05 \sim 0.60$ である。上述の膨潤・延伸については、幅方向に均等に裁断した複数枚のポリビニルアルコールフィルムを水中で $4.3 \text{ cm/min}$ の速度で延伸して、長さを2倍にした。上述の添加剤残留量は、計算式： $(W3 - W4) / W3 \times 100\%$ により得た。式中、 $W3$ は、ポリビニルアルコールフィルムを膨潤・延伸し、乾燥した後の重量であり、 $W4$ は、ポリビニルアルコールフィルムを膨潤・延伸し、乾燥した後に、純水内に入れて5分間攪拌してから再び絶乾した後の重量である。前述の添加剤残留量の標準偏差は、例えば、 $0.05$ 、 $0.10$ 、

10

20

30

40

50

0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40、0.45、0.50、0.55、0.60又は上述の任意の2つの数値の間であるが、これらに限定されない。ポリビニルアルコールフィルムの膨潤過程では添加剤が析出されるが、析出量が少ない場所はヨウ化物イオンがポリビニルアルコールと錯体を形成しにくくなり、反対に、析出量が多い場所はおそらく錯体が多く形成されるため、析出量が不均一だと偏光フィルムの染色斑が生じてしまう。

#### 【0029】

本発明の好ましい実施形態によれば、複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における添加剤残留量平均値は1.40～4.15wt%であり、例えば、1.44、1.71、1.92、1.93、2.91、3.89又は4.12wt%などである。

#### 【0030】

本発明は、膨潤・延伸後のポリビニルアルコールフィルムの添加剤残留量の標準偏差を調節すること、即ち偏光フィルムに染色を行う前の条件を模して、それが染色槽に進入する前の添加剤残留量の標準偏差をコントロールすることにより、偏光フィルムの染色斑の問題を解決する。本発明者は、実際に偏光フィルムの製造工程を行う際に、ポリビニルアルコールフィルムは膨潤・延伸処理を経るが、その過程でポリビニルアルコール中の添加剤や他の不純物が析出され、最終的に偏光フィルムに製造されるポリビニルアルコールフィルムの各部分の添加剤含有量を異ならせるため、ポリビニルアルコールフィルムの添加剤初期量又は添加剤初期量の差分を測定しただけでは、実際に偏光板の製造工程を行ったときの添加剤の残留状態を表すことができず、偏光フィルムの染色斑の問題を解決し得ないことに気づいた。具体的には、上述のパラメータはポリビニルアルコールフィルムを光学フィルム、特に偏光フィルムに調製する工程に基づき特定したものである。ポリビニルアルコールフィルムを偏光フィルムに調製する方法は特に限定されないが、好適には、ポリビニルアルコールフィルムを水中に入れて延伸する膨潤・延伸処理、二色性色素で染色する染色処理、及びフィルム体に一軸延伸を行う延伸処理が含まれる。そのうち、必要に応じてホウ酸架橋処理、固定処理、洗浄処理、加熱処理などの方法をさらに実施してもよい。その場合、各処理の順序は特に限定されないが、好適には、膨潤処理、染色処理及び延伸処理の順で実施する。業界では一般的に、偏光フィルムを調製する際は2倍の長さに延伸することが膨潤槽におけるおおよその延伸倍率となっている。

#### 【0031】

上述の添加剤の残留量は、膨潤・延伸し、乾燥した後のポリビニルアルコールフィルムを純水内で5分間攪拌して、フィルム中の添加剤を析出したものである。具体的には、添加剤残留量の計算式は、 $(W3 - W4) / W3 \times 100\%$ であり、好適には、幅方向に均等に切断した複数のフィルム（例えば5枚又はそれ以上）の平均値である。このほかに、ポリビニルアルコールフィルムの評価やコントロール、選別に用いられるこのパラメータの精度をより高めるために、本明細書では、添加剤残留量の標準偏差の数値範囲を採用するのが好ましい。本明細書で用いる「標準偏差 (Standard Deviation)」は、試料の標準偏差を指しており、試料群中のデータの散らばり具合を評価するのに用いられる。具体的には、その標準偏差sの計算式は以下の式の通りである。

#### 【数1】

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

式中、 $\bar{x}$ は試料の平均値であり、 $n$ は試料のサイズである。

#### 【0032】

本明細書で用いる「添加剤」は、初期添加剤、界面活性剤、白濁剤、乳化剤又は起泡剤のうち少なくとも1つを含むが、これらに限らない。そのうち、「可塑剤」は、材料の柔軟性の増加や、材料の液化が可能であり、例えば、フタル酸エステル (Phthalate)

e)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)、グリセリン、フタル酸ジブチル(DBP)、フタル酸ジイソノニル(DINP)、フタル酸ジイソデシル(DIDP)、フタル酸ブチルベンジル(BBP)、フタル酸ジオクチル(DOP)、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジグリセリン、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール又はトリメチロールプロパンなどであるが、これらに限らない。好適には、可塑剤はグリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジグリセリン、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール又はトリメチロールプロパンである。「界面活性剤」はカチオン、アニオン又は非イオン型界面活性剤に限定されず、それは例えば、ラウリン酸カリウムなどのカルボン酸塩型、ラウレス硫酸ナトリウムなどの硫酸エステル塩型、ドデシルベンゼンスルホン酸塩などのスルホン酸塩型、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテルなどのアルキルフェニルエーテル型、ポリエチレングリコールモノオクチルフェニルエーテルなどのアルコール系のフェニルエーテル型、ポリオキシエチレンラウレートなどのアルキルエステル型、ポリオキシエチレンラウリルアミンなどのアルキルアミン型、ポリオキシエチレンラウリン酸アミドなどのアルキルアミド型、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンエーテルなどのポリプロピレングリコールエーテル型、ラウリン酸ジエタノールアミド、オレイルジエタノールアミドなどのアルカノールアミド型、ポリオキシエチレンアリルフェニルエーテルなどのアリルフェニルエーテル型、又はポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウムなどであるが、これらに限らない。本発明の好ましい実施形態によれば、ポリビニルアルコールフィルムは、6～15wt%の間の添加剤初期含有量を有し、それは例えば、7～14、8～13、9～12又は10～11wt%などである。

#### 【0033】

本発明の好ましい実施形態によれば、ポリビニルアルコールフィルムが有する添加剤は主に可塑剤と界面活性剤であるか、または可塑剤のみである。可塑剤と界面活性剤は低分子量化合物であり、ポリマーとブレンドすると材料の自由体積が増加する。それらの添加剤は膨潤過程で特に容易に析出され、染色工程において添加剤残留量を不均一にさせる。具体的には、ポリビニルアルコールフィルムの膨潤過程では、添加剤がポリビニルアルコールフィルム内に一部残留するが、残留量が多すぎると自由空洞(free cavity)が添加剤に占有されてしまい、ポリビニルアルコールフィルムが染色槽に着いたとき、ヨウ化物イオンが自由空洞においてポリビニルアルコールと錯体を形成することができず、反対に、添加剤残留量が少なすぎると分子配列に影響を及ぼし、錯体が過度に形成され、偏光フィルム全体に染色斑の問題が生じてしまう。

#### 【0034】

本発明の少なくとも1つの実施形態によれば、幅方向に均等に裁断した複数枚のポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の遅相軸角度は0.30～2.79であり、例えば、0.30、0.35、0.43、0.75、0.91、1.25又は2.78などである。好適には、前述の遅相軸角度の平均値は89.00～91.00であり、例えば、89.22、89.90、90.16、90.17、90.27、90.29又は90.64などである。

#### 【0035】

本明細書で用いる「遅相軸」は、面内で屈折率が最大となる軸方向を指しており、一般的には試料中の分子配列の方向を表すのに用いられている。分子配列の方向にずれがある場合、試料の偏光度分析において直交の透過率が部分的に上昇する状態が生じ、これによって偏光度が低下してしまう。ポリビニルアルコールフィルムの遅相軸とは、複屈折値が大きい軸を指し、通常は分子配列の方向である。配列方向にずれが生じると、偏光度分析を行う際に直交の透過率が部分的に増加する状態が生じ、偏光度の低下を招いてしまう。そのため、本願では、位相差解析装置を用いて膨潤・延伸後における複数枚のポリビニルアルコールフィルム試料の遅相軸角度の標準偏差を測定し、且つそれを一定範囲内にコントロールすることによって、良好な偏光度を具備するポリビニルアルコールフィルムを取得する。

## 【 0 0 3 6 】

本発明の少なくとも1つの実施形態によれば、ポリビニルアルコールフィルムの重合度は1800～3000の間であり、例えば、1800、1900、2000、2100、2200、2300、2400、2500、2600、2700、2800、2900又は3000などであるが、これらに限定されない。また、本発明の少なくとも1つの実施形態によれば、ポリビニルアルコールフィルムの含水率は1.0～5.0wt%の間であり、例えば、1.1、1.3、1.5、1.7、1.9、2.0、2.1、2.3、2.5、2.7、2.9、3.0、3.1、3.3、3.5、3.7、3.9、4.0、4.1、4.3、4.5、4.7、4.9又は5.0wt%などであるが、これらに限定されない。このほかに、本発明の少なくとも1つの実施形態によれば、ポリビニルアルコールフィルムの厚さは20～100μmであり、好適には60～75μmであり、例えば、60、61、62、63、64、65、66、67、68、69、70、71、72、73、74又は75μmである。

10

## 【 0 0 3 7 】

さらに、本発明は光学フィルムを提供するが、それは上述のポリビニルアルコールフィルムから調製したものである。本明細書に記載の「光学フィルム」とは、偏光フィルム、ブルーライトカットフィルム、フィルターレンズなどを指し得るが、本発明はこれらに限定されない。好適には、本発明のポリビニルアルコールフィルムは偏光フィルムとされる。さらに、本発明が提供する好ましい実施形態の偏光フィルムの偏光度は99.8%以上であり、好適には99.9%である。

20

## 【 0 0 3 8 】

別の態様において、本発明はポリビニルアルコールフィルムの製造方法も提供するが、その工程及び製造装置については、ともに図1と図2に示す内容を参照することができる。当該製造方法は、以下を含む。工程S100：ポリビニルアルコール系樹脂、界面活性剤、可塑剤及び水を攪拌し、且つ加熱して、ポリビニルアルコール鑄造溶液を形成する。工程S102：ポリビニルアルコール鑄造溶液を鑄造ドラムに鑄込み、乾燥して予備成形フィルムを調製する。工程S104：予備成形フィルムを高温から低温へと温度が徐々に下がるn本の加熱ローラに接触させた後、複数のセクションを備えた乾燥器に進入させて熱処理する。

## 【 0 0 3 9 】

具体的には、工程S100では、ポリビニルアルコール系樹脂、界面活性剤、可塑剤及び水を溶解槽110内に入れて攪拌し、且つ100℃超の溶解温度まで加熱して2～4時間温度を維持し、且つ攪拌方向を1時間に少なくとも3回反転させて、ポリビニルアルコール鑄造溶液を形成する。溶解温度は、好適には130～140℃であり、例えば、130、131、132、133、134、135、136、137、138、139又は140℃などである。可塑剤の添加量は通常、ポリビニルアルコール系樹脂100重量部に対して3～30重量部の間であり、好適には7～20重量部の間であり、例えば、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、20、21、22、23、24、25、26、27、28、29又は30重量部などである。可塑剤の含有量が不足すると、形成されるポリビニルアルコールフィルムに結晶が生じやすくなり、後続の加工における染色効果に影響を及ぼしてしまう。反対に、可塑剤の含有量が高すぎると、ポリビニルアルコールフィルムの機械的性質が損なわれてしまう。界面活性剤の最終含有量は0.10～0.20wt%であり、例えば、0.10wt%、0.15wt%、0.20wt%又は上述の任意の2つの数値の間であるが、これらに限定されない。好適には、界面活性剤の最終含有量は0.15wt%である。少なくとも1つの実施形態によれば、工程S100は溶解槽内で行われる。また、ポリビニルアルコール鑄造溶液を調製する際のポリビニルアルコール系樹脂濃度は10.0～60.0重量%であり、好適には15.0～40.0重量%、より好適には20.0～40.0重量%であり、例えば、10.0、15.0、20.0、25.0、30.0、35.0、40.0、45.0、50.0、55.0又は60.0重量%などである。上述のポリビニル

30

40

50



アルコール系樹脂濃度の計算方法は、ポリビニルアルコール系樹脂 / ( ポリビニルアルコール系樹脂 + 水 + 可塑剤 + 界面活性剤 ) である。ポリビニルアルコール系樹脂の含有量が不足すると、ポリビニルアルコール鑄造溶液の粘度が低くなり過ぎて、乾燥負荷が過度に大きくなり、PVAフィルム調製における成膜効率が悪くなってしまう。反対に、ポリビニルアルコール樹脂の含有量が高すぎると、ポリビニルアルコール系樹脂が全体的に均一に溶解しにくくなり、クラスターが残りやすくなってしまう。

#### 【 0 0 4 0 】

具体的には、工程 S 1 0 2 では、ポリビニルアルコール鑄造溶液は選択的にフィルタで濾過を行い、ポリビニルアルコール鑄造溶液を定量方法で T 型スリットダイに導入し、吐出して鑄造ドラム 1 2 0 上に流延して予備成形フィルム M を調製する。細かく言うと、鑄造ドラム 1 2 0 の回転速度は約 5 ~ 3 0 m / m i n であり、好適には 5 ~ 7 m / m i n である。鑄造ドラム 1 2 0 の速度が遅すぎると、生産性が低下する恐れがある。反対に、鑄造ドラム 1 2 0 の速度が速すぎると、鑄造溶液の乾燥が不十分となり、剥離性が低下してしまう。また、好ましい実施形態中、鑄造ドラム 1 2 0 の温度は 9 0 ~ 9 5 に設定し、具体的には、例えば 9 0、9 1、9 2、9 3、9 4、9 5 又は上述の任意の 2 つの数値の間であり、鑄造ドラム 1 2 0 の温度が高すぎると、鑄造溶液に起泡現象が生じやすくなる。

#### 【 0 0 4 1 】

具体的には、工程 S 1 0 4 では、予備成形フィルム M は、鑄造ドラム 1 2 0 から剥離した後、複数の加熱ローラ 1 3 0 に接触させて、フィルム体の上下両面を乾燥する。ここで、複数の加熱ローラ 1 3 0 中の 1 本目はすべての加熱ローラ 1 3 0 の中で最も高温であり、続く加熱ローラ 1 3 0 の温度は徐々に下がるように調節する。複数の加熱ローラ 1 3 0 の個数は 1 0 ~ 2 0 の間であり、例えば、1 0、1 1、1 2、1 3、1 4、1 5、1 6、1 7、1 8、1 9 又は 2 0 である。続けて、複数のセクションを備えた乾燥器 1 4 0 で熱処理を行う。そのうち、複数のセクションを備えた乾燥器 1 4 0 の温度間の標準偏差 ( 幅方向沿い ) は 0 . 9 3 ~ 3 . 0 0 であり、好適には 0 . 9 3 ~ 2 . 5 の間であり、例えば、0 . 9 3、1 . 0、1 . 3、2 . 3 又は 2 . 5 などである。複数のセクションを備えた乾燥器の温度の標準偏差とは、各セクションの乾燥器空間中の温度の標準偏差 ( 幅方向沿い ) がいずれも 0 . 9 3 ~ 3 . 0 0 であることを指し、その標準偏差は、幅方向に均等に 3 点を測定して取得したものであり、乾燥器の平均温度は 4 5 ~ 1 3 0 の間である。また、複数セクションの乾燥器については、具体的には、2 ~ 1 0 セクションの乾燥器でよく、好適には 3 ~ 8 セクションであり、例えば、3、4、5、6、7 又は 8 である。さらに、乾燥器 1 4 0 内の上下キャビティの温度は熱風量によって調節することができ、これにより乾燥器 1 4 0 内で熱処理中のポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差を 5 以下にさせるが、好適には 0 . 5 ~ 3 . 4 であり、例えば、0 . 5 1、1 . 5 2、1 . 8 7 又は 3 . 4 などである。少なくとも 1 つの実施形態によれば、工程 S 1 0 4 の乾燥器はフローティング型ドライヤーである。乾燥器の温度調節は、例えば上下キャビティの熱風量を調節することで温度をコントロールすることができる。別の実施形態によれば、熱処理は加熱ローラを用いて行ってもよい。

#### 【 0 0 4 2 】

本発明者は、複数のセクションを備えた乾燥器 1 4 0 の温度間の標準偏差 ( 幅方向沿い ) と、乾燥器 1 4 0 内で熱処理中のポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差を特定の範囲内に調節することにより、ポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の添加剤残留量範囲を有効にコントロールすることができ、これによって染色を均一にさせる効果が達成されることに気づいた。またさらに、本願発明者は、溶解槽 1 1 0 においてポリビニルアルコール系樹脂、可塑剤及び水を加熱して溶解する際の攪拌温度、攪拌方向の転換頻度を調節することにより、溶解がより均一になり、後に形成されるフィルム体の分子配列方向をより規則的にさせ得ることや、界面活性剤の添加の有無が予備成形フィルム M の離型性に影響を与えており、剥離時の分子配列方向の変化防止につながることに気づいた。上述の分子配列方向に影響する特定の要素は、ポリビニルアルコールフィルムの膨

10

20

30

40

50

潤・延伸後における遅相軸角度の標準偏差範囲を実質的にコントロールするものであり、これらに基づいてポリビニルアルコールフィルムの偏光度を改善することができる。

#### 【0043】

上述のポリビニルアルコール系樹脂は、ビニルエステル系樹脂単量体の重合によりポリビニルエステル系樹脂を形成した後、鹸化反応を行って得たものである。そのうち、ビニルエステル系樹脂単量体は、ギ酸ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、ペンタン酸ビニル又はオクタン酸ビニルなどのビニルエステル類を含むが、本発明はこれらに限定されず、好適には酢酸ビニルである。また、オレフィン類化合物又はアクリレート誘導体と上述のビニルエステル系樹脂単量体との共重合により形成された共重合体も使用可能である。オレフィン類化合物は、エチレン、プロピレン又はブチレンなどを含むが、本発明はこれらに限定されない。アクリレート誘導体はアクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル又はアクリル酸n-ブチルなどを含むが、本発明はこれらに限定されない。

#### 【0044】

上述で開示するポリビニルアルコール樹脂の鹸化度/アルカリ化度は、好適には99.00%以上であり、これにより良好な光学特性が得られるが、具体的には、例えば99.00%~100.00%、99.00%~99.99%、99.00%~99.95%、99.00%~99.90%、99.00%~99.85%、99.00%~99.80%、99.00%~99.75%、99.00%~99.70%、99.00%~99.65%、99.00%~99.60%、99.00%~99.55%、99.00%~99.50%、99.00%~99.45%、99.00%~99.40%、99.00%~99.35%、99.00%~99.30%、99.00%~99.25%、99.00%~99.20%、99.00%~99.15%、99.00%~99.10%、99.00%~99.05%、99.20%~100.00%、99.20%~99.99%、99.20%~99.95%、99.20%~99.90%、99.20%~99.85%、99.20%~99.80%、99.20%~99.75%、99.20%~99.70%、99.20%~99.65%、99.20%~99.60%、99.20%~99.55%、99.20%~99.50%、99.20%~99.45%、99.20%~99.40%、99.20%~99.35%、99.20%~99.30%、99.20%~99.25%、99.40%~100.00%、99.40%~99.99%、99.40%~99.95%、99.40%~99.90%、99.40%~99.85%、99.40%~99.80%、99.40%~99.75%、99.40%~99.70%、99.40%~99.65%、99.40%~99.60%、99.40%~99.55%、99.40%~99.50%、99.40%~99.45%、99.60%~100.00%、99.60%~99.99%、99.60%~99.95%、99.60%~99.90%、99.60%~99.85%、99.60%~99.80%、99.60%~99.75%、99.60%~99.70%、99.60%~99.65%、99.80%~100.00%、99.80%~99.99%、99.80%~99.95%、99.80%~99.90%又は99.80%~99.85%などである。

#### 【実施例】

#### 【0045】

以下では、実施例と合わせて本発明についてより詳しく説明する。但し、それらの実施例は本発明をより容易に理解できるよう助けるためのものであり、本発明の範囲を限定するものではないことを理解されたい。

#### 【0046】

##### 1. ポリビニルアルコールフィルムの調製

以下、ポリビニルアルコールフィルムの非限定的な調製方法を提供する。以下に開示する方法と同様の方法に基づき、非限定的な実施例ポリビニルアルコールフィルムを7種類（実施例1~7）、及び比較例ポリビニルアルコールフィルムを5種類（比較例1~5）調製した。但し、実施例1~7及び比較例1~5を調製する具体的な方法は、通常、1つ

10

20

30

40

50

以上の面で以下に開示する方法と異なっている。

【0047】

具体的には、ポリビニルアルコールフィルムの調製方法は以下の工程を含む。アルカリ化度が $>99.9\%$ で且つ重合度が約2400のポリビニルアルコール系樹脂1800kg、水4000kg、可塑剤のグリセリン207kg及び界面活性剤を加えて、攪拌しながら140℃まで昇温させ、140℃に維持しながら180分間溶解を行った。ここで、溶解時の攪拌方向は一定頻度で転換することができ、これによって溶解効果を増加させて、クラスターが残るのを防ぐことができる。例えば、攪拌方向を1時間に3回反転の転換頻度で行う。具体的には、本実施例1～4と比較例1で用いた界面活性剤はポリオキシエチレンラウリルエーテルであり、実施例5～6と比較例3で用いた界面活性剤はポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウムであり、それらの最終含有量は0.15wt%である。次に、均一に溶解したポリビニルアルコール系樹脂溶液に水を加えて樹脂濃度が30.0%になるまで調整し、ポリビニルアルコール鑄造溶液を得た。ポリビニルアルコール鑄造溶液は消泡後、T型スリットダイから吐出し、回転する高温の鑄造ドラムにカーテンコーティングして乾燥し、予備成形フィルムを調製した。予備成形フィルムを鑄造ドラムから剥離した後、複数の加熱ローラと接触させてフィルムの上下両面を乾燥してから、フローティング型ドライヤーを用いて熱処理を行い、且つドライヤー温度の標準偏差（幅方向沿い）とドライヤー内で熱処理中のフィルム体の上下表面の温度差を特定の範囲内にコントロールした。

【0048】

2. 分析及び測定方法

以下では、ポリビニルアルコールフィルムの性質を判断するために、実施例1～7及び比較例1～5についての分析と測定の方法を提供する。

【0049】

2-1. 添加剤初期含有量の分析

試料の調製方法は、まず、ポリビニルアルコールフィルムを幅（Transverse Direction, TD）方向に沿って5等分し、等分後のポリビニルアルコールフィルムの中央部をカットした。各片のカット面積はMD5cm×TD10cmとした（MDとはMachine Directionをいう。即ち縦方向又は機械方向である）。次に、恒温恒湿器内で23℃、相対湿度（RH）50%の条件で24時間放置した。

【0050】

測定条件は、まず、ポリビニルアルコールフィルムを105℃/10分間で乾燥・脱水し、乾燥後に秤量した（W1）。次に、ポリビニルアルコールフィルムを30℃/2000mlの純水において攪拌機（回転数115～120rpm）で5分間攪拌し、グリセリンを析出させて、完了後にポリビニルアルコールフィルム表面の水分を脱水し、乾燥器に入れて105℃/1時間で絶乾し、重さを測定した（W2）。すると、添加剤初期含有量は $(W1 - W2) / W1 \times 100\%$ となる。

【0051】

2-2. 膨潤・延伸後の添加剤残留量の分析

試料の調製方法は、まず、ポリビニルアルコールフィルムを横断方向に沿って5等分し、等分後のポリビニルアルコールフィルムの中央部をカットした。各片のカット面積はMD20cm×TD15cmとした。次に、恒温恒湿器内で23℃、50%RHの条件で24時間放置した。次に、ポリビニルアルコールフィルム（MD5cm×TD15cm）を固定し、30℃の純水中でポリビニルアルコールフィルムを4.3cm/minの方式で2倍の長さに延伸し、完了後にポリビニルアルコールフィルム表面の水分を吸い尽くし、恒温恒湿器に23℃、50%RHの条件で24時間放置した。最後に、延伸された部分からMD5cm×TD10cmのポリビニルアルコールフィルムを切り出した。

【0052】

測定条件：

まず、延伸後のポリビニルアルコールフィルムを105℃/10分間で乾燥・脱水し、

乾燥後に秤量した (W3)。次に、ポリビニルアルコールフィルムを 30 / 2000 ml の純水において攪拌機 (回転数 115 ~ 120 rpm) で 5 分間攪拌し、グリセリンと界面活性剤を析出させて、完了後にポリビニルアルコールフィルム表面の水分を脱水し、乾燥器に入れて 105 / 1 時間で絶乾し、重さを測定した (W4)。すると、膨潤後の可塑剤残留量は (W3 - W4) / W3 × 100 % となる。

#### 【0053】

#### 2 - 3 . 膨潤・延伸後の遅相軸角度の分析

試料の調製方法は、まず、ポリビニルアルコールフィルムを横断方向に沿って 5 等分し、等分後のポリビニルアルコールフィルムの中央部をカットした。各片のカット面積は MD 20 cm × TD 15 cm とした。次に、恒温恒湿器内で 23 、 50 % RH の条件で 24 時間放置した。次に、ポリビニルアルコールフィルム (MD 5 cm × TD 15 cm) を固定して、30 の純水中でポリビニルアルコールフィルムを 4.3 cm/min の方式で 2 倍の長さに延伸し、完了後に Photonic Lattice PA series の位相差解析装置を用いて延伸範囲内 (MD 5 cm × TD 5 cm) の平均遅相軸角度とその標準偏差を測定した。ここで、試料片は、膨潤・延伸方向 (MD) が位相差解析装置中の座標軸の 0 度に対して 90 度と同じ方向になるように置いた。

#### 【0054】

#### 2 - 4 . 偏光度表現の測定

試料の調製方法は、まず、ポリビニルアルコールフィルムを偏光フィルムに調製する工程である。ポリビニルアルコールフィルムを偏光フィルムに調製する方法は特に限定されないが、好適には、ポリビニルアルコールフィルムを水中に入れて延伸する膨潤処理、二色性色素で染色する染色処理、及びフィルム体に一軸延伸を行う延伸処理が含まれる。そのうち、必要に応じてホウ酸架橋処理、固定処理、洗浄処理、加熱処理などの方法をさらに実施してもよい。その場合、各処理の順序は特に限定されないが、好適には、膨潤処理、染色処理及び延伸処理の順で実施する。

#### 【0055】

また、ここで使用した測定計器は Perkin Elmer Lambda 365 である。測定条件は、JIS Z 8722 の標準方法に基づき、C 光源を用いて 2° の可視光領域の視感度補正を行い、次に 2 枚の偏光フィルムを配向方向が同じ状態で重ね、波長下における光透過率 (H<sub>0</sub>) を測定し、別に 2 枚の偏光フィルムを配向方向が垂直な状態で重ね、波長下における光透過率 (H<sub>90</sub>) を測定した。最後に、偏光度データを偏光度 =  $[(H_0 - H_{90}) / (H_0 + H_{90})]^{1/2}$  という式で計算して得た。

#### 【0056】

#### 2 - 5 . 染色均一性のパフォーマンス評価

得た偏光フィルムから 30 cm × 30 cm の長さの試料片を切り出し、直交偏光状態の 2 枚の試料片 (単体透過率 43.5 %、偏光度 99.9 %) の間に 45° の角度で挟んでから、光源照度が 14000 lx のランプハウスを用いて試料片の色均一性を透過モードで観察した。

#### 【0057】

#### 3 . 実施例と比較例のデータ内容

まず、実施例と比較例の以下の変数についてパラメータ設定を行った。ポリビニルアルコールフィルム調製工程中の乾燥器の温度の標準偏差 (幅方向沿い)、乾燥器内で熱処理中のポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差、ポリビニルアルコール系樹脂、可塑剤及び水を加熱・溶解する際の溶解方法 (攪拌温度、及び攪拌方向の転換頻度)、界面活性剤の添加の有無 (V : 添加あり / X : 添加なし)。設定内容の詳細は表 1 を参照されたい。なお、表 1 中の溶解方法の部分で 1 と表記されている場合は、「掻き混ぜ式溶解、攪拌方向の転換頻度は 3 (回 / 時間)、且つ溶解の最高温度は 130 以上」を表し、2 と表記されている場合は、「掻き混ぜ式溶解、攪拌方向の転換頻度は 1 (回 / 時間)、且つ溶解の最高温度は 130 未満」を表している。

#### 【0058】

10

20

30

40

50

【表 1】

項目	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
乾燥器温度の標準偏差(TD方向)	2.3	2.3	1.0	1.3	0.93	2.5	2.5	4.5	4.5	2.5	2.5	4.5
乾燥器内フィルム片の上下表面の温度差(℃)	1.52	1.7	0.51	0.51	0.51	3.4	3.4	3.4	3.4	5.7	5.7	5.7
溶解方法	1	1	1	1	1	1	1	2	1	2	1	2
界面活性剤	V	V	V	V	V	V	X	V	X	V	X	X

【0059】

次に、上述の実施例1～7と比較例1～5の条件で、それらの膨潤・延伸後の添加剤残留量（平均および標準偏差の値）と遅相軸角度（平均および標準偏差の値）などの特徴パラメータをさらに測定し、且つそれらに関連する効果をさらに測定した。詳細は表2を参照されたい。なお、表2中の染色均一性の状態の部分で、「O」は染色斑がない状態であることを表し、「X」は面積の20%以上に染色斑がある状態であることを表している。

【0060】

10

20

30

40

50

【表 2】

項目	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
添加剤初期含有量	9.91, 10.02, 10.13, 10.03, 10.10	10.11 9.89 10.23 10.15 10.17	9.98 10.23 10.15 10.27 9.87	9.89 10.16 10.05 10.07 9.98	10.25 10.17 10.10 10.26 9.97	10.13 10.29 10.10 9.88 9.91	10.23 9.92 9.87 9.98 10.15	10.15, 10.13, 10.09, 10.10, 10.16	10.10 10.21 9.90 10.13 10.17	10.05 10.08 10.21 10.11 10.18	9.95, 10.12, 10.13, 10.10, 10.09	10.01, 10.11, 10.19, 9.98, 10.05
膨潤・延伸後の添加剤残留量	1.76, 2.25, 2.04, 2.21, 1.70	3.20, 2.61, 3.00, 3.15, 2.57	1.51, 1.46, 1.36, 1.35, 1.50	1.97, 2.02, 1.84, 1.82, 1.98	1.67, 1.77, 1.66, 1.66, 1.78	4.70, 4.15, 3.65, 3.78, 3.16	4.89, 4.46, 4.09, 3.61, 3.55	4.36, 4.19, 2.77, 2.85, 3.11	4.71, 4.55, 2.88, 3.98, 3.15	4.64, 2.48, 2.72, 2.28, 4.15	4.48, 2.49, 2.75, 2.93, 4.67	4.68, 2.77, 4.35, 2.26, 4.88
平均	1.92	2.91	1.44	1.93	1.71	3.89	4.12	3.46	3.86	3.25	3.46	3.79
膨潤・延伸後の添加剤残留量の標準偏差	0.25	0.30	0.08	0.09	0.06	0.58	0.57	0.76	0.82	1.07	1.03	1.19
遅相軸角度	89.42, 89.41, 90.53, 91.16, 88.99	88.32, 89.05, 90.37, 89.37, 89.01	89.82, 90.61, 90.58, 90.37, 89.97	89.74, 90.58, 90.22, 90.55, 89.69	90.73, 90.12, 89.84, 90.23, 90.51	88.85, 91.08, 92.11, 91.18, 89.98	87.67, 88.16, 93.35, 93.01, 88.64	87.75, 92.10, 93.47, 93.10, 88.75	87.82, 88.91, 94.11, 93.47, 92.22	88.92, 88.81, 94.33, 93.77, 92.22	87.95, 88.95, 94.04, 93.47, 92.13	87.66, 88.91, 94.19, 93.76, 92.13
平均	89.9	89.22	90.27	90.16	90.29	90.64	90.17	91.03	91.31	91.61	91.31	91.33
遅相軸角度標準偏差	0.91	0.75	0.30	0.43	0.35	1.25	2.78	2.61	2.80	2.62	2.72	2.92
染色均一性の状態	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×
偏光度	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	99.7

## 【0061】

表 1 と表 2 をともに参照して、実施例 1 ～ 7 の調製過程中、前述の変数の設定において、実施例 1 ～ 7 の膨潤・延伸後の添加剤残留量の標準偏差は 0.05 ～ 0.60 の間であり、これが実施例 1 ～ 7 によるポリビニルアルコールフィルムの染色を均一にさせていることが分かる。反対に、比較例 1 ～ 5 の膨潤・延伸後の添加剤残留量の標準偏差はいずれも望ましくなく、これが染色斑を招いていた。

## 【0062】

さらに、表 1 と表 2 をともに参照して、前述の変数の設定において、実施例 1 ～ 7 の膨潤・延伸後の遅相軸角度の標準偏差はいずれも 0.30 ～ 2.79 の間であり、これが実

施例 1 ~ 7 に従って調製して得たポリビニルアルコールフィルムのいずれにも 99.8 以上の偏光度を具備させていることが分かる。実施例 1 ~ 6 の遅相軸角度の標準偏差はいずれも 2 未満であり、これが実施例 1 ~ 6 に従って調製して得たポリビニルアルコールフィルムのいずれにも 99.9 以上のいっそう良好な偏光度を具備させていた。反対に、比較例 1 ~ 5 の膨潤・延伸後の遅相軸角度の標準偏差はいずれも 2.6 より大きく、これらの比較例に従って調製して得たポリビニルアルコールフィルムはいずれも 99.8 の偏光度を具備していた。

【0063】

上述の結果を鑑みて、本発明者は、乾燥器の温度の標準偏差（幅方向沿い）の数値と、乾燥器内で熱処理中のポリビニルアルコールフィルムの上下表面の温度差の数値範囲を調節することで、ポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後の添加剤残留量の標準偏差範囲をコントロールすることができ、調製されたポリビニルアルコールフィルムの染色を均一にさせる効果も達成されることに気づいた。またさらに、本発明者は、ポリビニルアルコール系樹脂、可塑剤及び水を加熱して溶解する際の攪拌温度、攪拌方向の転換頻度、及び界面活性剤の添加の有無がいずれもポリビニルアルコールフィルムの膨潤・延伸後における遅相軸角度の標準偏差範囲と実質的に関係しており、且つポリビニルアルコールフィルムの偏光度に影響を与えることに気づいた。

【0064】

本発明の上述の特定に基づいて提供されるポリビニルアルコールフィルムは、均一に染色することができ、いっそう良好な偏光度を具備することができる。また、本発明の特定内容は、上述のポリビニルアルコールフィルムの調節、製造及び選別をより正確に行うのに用い得る。

【0065】

本明細書において提供する全ての範囲は、割り当て範囲内における各特定の範囲及び割り当て範囲の間の二次範囲の組み合わせを含むという意味である。また、特段の説明がない限り、本明細書が提供する全ての範囲は、いずれも範囲のエンドポイントを含む。従って、範囲 1 ~ 5 は、具体的には 1、2、3、4 及び 5、並びに 2 ~ 5、3 ~ 5、2 ~ 3、2 ~ 4、1 ~ 4 などの二次範囲を含む。

【0066】

本明細書において参照される全ての刊行物及び特許出願はいずれも参照により本明細書に組み込まれ、且つありとあらゆる目的から、各刊行物又は特許出願はいずれも各々参照により本明細書に組み込まれることを明確且つ個々に示している。本明細書と参照により本明細書に組み込まれるあらゆる刊行物又は特許出願との間に不一致が存在する場合には、本明細書に準ずる。

【符号の説明】

【0067】

- 110 溶解槽
- 120 鋳造ドラム
- 130 加熱ローラ
- 140 乾燥器
- M 予備成形フィルム
- S100 ~ S104 工程

10

20

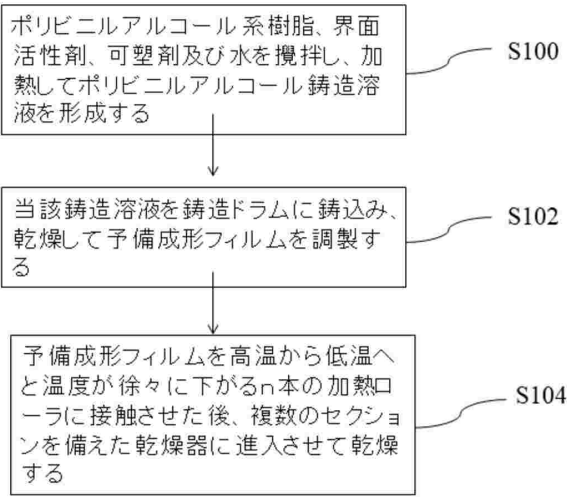
30

40

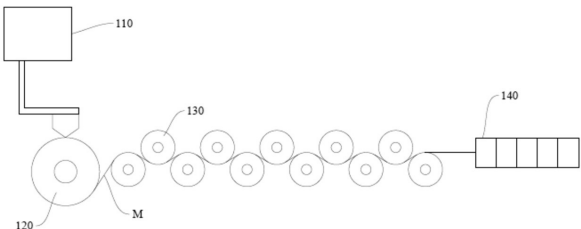
50

【図面】

【図 1】



【図 2】



10

20

30

40

50



フロントページの続き

審判官 井口 猶二

審判官 里村 利光

- (56)参考文献 国際公開第 2 0 2 2 / 0 0 4 5 3 7 ( W O , A 1 )  
特開 2 0 1 2 - 3 2 7 8 9 ( J P , A )  
特開 2 0 0 4 - 2 0 6 3 3 ( J P , A )  
特開 2 0 2 4 - 2 2 6 5 4 ( J P , A )
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)  
G02B 5/30