



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0121802
(43) 공개일자 2022년09월01일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 5/18 (2006.01) C08K 5/098 (2006.01)
C08L 29/04 (2006.01) G02B 1/04 (2006.01)
G02B 5/30 (2022.01) G02F 1/1335 (2019.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
C08J 5/18 (2021.05)
C08K 5/098 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2022-7020608</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2020년12월22일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2022년06월16일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2020/047834</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2021/132207
국제공개일자 2021년07월01일</p> <p>(30) 우선권주장
JP-P-2019-233584 2019년12월24일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
주식회사 쿠라레
일본국 오카야마켄 구라시키키시 사카즈1621</p> <p>(72) 발명자
다카토리 요헤이
일본 오카야마켄 구라시키키시 다마시마오토시마
7471반치 주식회사 쿠라레 나이
하마시마 이사오
일본 오카야마켄 구라시키키시 다마시마오토시마
7471반치 주식회사 쿠라레 나이
나카이 신지
일본 오카야마켄 구라시키키시 다마시마오토시마
7471반치 주식회사 쿠라레 나이</p> <p>(74) 대리인
특허법인코리아나</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 폴리비닐알코올 필름 및 그것을 사용한 편광 필름의 제조 방법

(57) 요약

폴리비닐알코올 (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 및 지방산염 (C) 를 함유하는 폴리비닐알코올 필름으로서, 아니온계 계면 활성제 (B) 가 황산에스테르염형 또는 술폰산염형이며, 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 ~ 0.20 질량부이며, 지방산염 (C) 가 알칼리 금속염 또는 아민염이며, 지방산염 (C) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.02 ~ 0.20 질량부이며, 또한 논이온계 계면 활성제의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 질량부 미만인 것을 특징으로 한다. 이로써, 광학 결함 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮고, 박리성이 양호하고, 편광 필름으로 가공했을 때의 편광 성능이 우수한 PVA 필름, 및 그것을 사용한 편광 필름의 제조 방법이 제공된다.

(52) CPC특허분류

C08L 29/04 (2013.01)

G02B 1/04 (2013.01)

G02B 5/30 (2022.01)

G02F 1/133528 (2021.01)

명세서

청구범위

청구항 1

폴리비닐알코올 (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 및 지방산염 (C) 를 함유하는 폴리비닐알코올 필름으로서,
아니온계 계면 활성제 (B) 가 황산에스테르염형 또는 술폰산염형이며,
아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 ~ 0.20 질량부이며,
지방산염 (C) 가 알칼리 금속염 또는 아민염이며,
지방산염 (C) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.02 ~ 0.20 질량부이며, 또한
논이온계 계면 활성제의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 질량부 미만인 폴리비닐알코올 필름.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
아니온계 계면 활성제 (B) 와 지방산염 (C) 의 함유량 비율 (B : C) 이 25 : 75 ~ 75 : 25 인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 3

제 1 항에 또는 제 2 항 있어서,
지방산염 (C) 가, 탄소수 8 ~ 18 의 지방산의 알칼리 금속염 또는 아민염인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,
필름 폭이 1.5 m 이상인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,
필름의 길이가 3000 m 이상인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,
필름 두께가 10 ~ 70 μm 인, 폴리비닐알코올 필름.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 기재된 폴리비닐알코올 필름을 염색하는 공정 및 연신하는 공정을 갖는,
편광 필름의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은, 폴리비닐알코올 (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 및 지방산염 (C) 를 함유하는 폴리비닐알코올 필름 및 그것을 사용한 편광 필름의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0001]

[0002] 폴리비닐알코올 (이하, PVA 로 약기하는 경우가 있다) 필름은, 투명성, 광학 특성, 기계적 강도, 수용성 등에 관한 독특한 성질을 이용하여 여러 가지 용도에 사용되고 있다. 특히, 그 우수한 광학 특성을 이용하여, 액정 디스플레이 (LCD) 의 기본적인 구성 요소인 편광판을 구성하는 편광 필름의 제조 원료 (원단 필름) 로서 PVA 필름이 사용되고 있고, 그 용도가 확대되고 있다. LCD 용 편광판에는 높은 광학 성능이 요구되고, 그 구성 요소인 편광 필름에 대해서도 높은 광학 성능이 요구된다.

[0003] 편광판은, 일반적으로, 원단인 PVA 필름에 염색, 1 축 연신, 및 필요에 따라 붕소 화합물 등에 의한 고정 처리 등을 실시하여 편광 필름을 제조한 후, 당해 편광 필름의 표면에 3 아세트산셀룰로오스 (TAC) 필름 등의 보호막을 첩합함으로써 제조된다. 그리고, 원단인 PVA 필름은, 일반적으로, 캐스트 제막법 등의 PVA 를 포함하는 제막 원액을 건조시키는 방법에 의해 제조된다.

[0004] 지금까지 PVA 필름이나 그 제조 방법에 관한 많은 기술이 알려져 있다. 특허문헌 1 에는, 알킬술포산염계의 계면 활성제를 포함하는 폴리비닐알코올계 수지 수용액을 사용하여, 캐스트법에 의해 폴리비닐알코올계 필름을 제막하는 공정으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 폴리비닐알코올계 필름의 제조 방법이 기재되어 있다. 이것에 의하면, 광학 특성에 부가하여, 무색 투명성이 우수한 폴리비닐알코올계 필름의 제조 방법을 제공할 수 있다고 되어 있다. 그러나, 알킬술포산염계의 계면 활성제를 단독 사용한 폴리비닐알코올계 필름에서는, 필름을 제막할 때의 박리성에 문제가 있는 경우가 있었다. 그리고, 박리성을 개선하기 위해서, 알킬술포산염계의 계면 활성제에 추가로 논이온계 계면 활성제를 사용한 경우에는, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이 높고, 편광 필름으로 가공했을 때의 편광 성능이 열등한 경우가 있어, 개선이 요망되고 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 2006-193694호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 상기 과제를 해결하기 위해서 이루어진 것으로, 광학 결함 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮고, 박리성이 양호하고, 편광 필름으로 가공했을 때의 편광 성능이 우수한 PVA 필름, 및 그것을 사용한 편광 필름의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 과제는, 폴리비닐알코올 (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 및 지방산염 (C) 를 함유하는 폴리비닐알코올 필름으로서, 아니온계 계면 활성제 (B) 가 황산에스테르염형 또는 술포산염형이며, 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 ~ 0.20 질량부이며, 지방산염 (C) 가 알칼리 금속염 또는 아민염이고, 지방산염 (C) 의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.02 ~ 0.20 질량부이며, 또한 논이온계 계면 활성제의 함유량이, 폴리비닐알코올 (A) 100 질량부에 대해 0.01 질량부 미만인 폴리비닐알코올 필름을 제공함으로써 해결된다.

[0008] 이때, 아니온계 계면 활성제 (B) 와 지방산염 (C) 의 함유량 비율 (B : C) 이 25 : 75 ~ 75 : 25 인 것이 바람직하다. 지방산염 (C) 가, 탄소수 12 ~ 16 의 지방산의 알칼리 금속염 또는 아민염인 것도 바람직하다.

[0009] 또, 필름폭이 1.5 m 이상인 것도 바람직하다. 필름의 길이가 3000 m 이상인 것이 바람직하다. 필름 두께가 10 ~ 70 μm 인 것도 바람직하다.

[0010] 상기 과제는, 상기 폴리비닐알코올 필름을 염색하는 공정 및 연신하는 공정을 갖는, 편광 필름의 제조 방법을 제공함으로써도 해결된다.

발명의 효과

[0011] 본 발명의 PVA 필름은, 광학 결함 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮고, 박리성이 양호하기 때문에 공정 통과성이 우수하다. 따라서, 당해 PVA 필름을 원단으로서 사용함으로써, 편광 성능이 양호한 편

광 필름이 얻어진다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0012] 본 발명의 PVA 필름은, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 및 지방산염 (C) 를 함유한다. 이때, 논이온계 계면 활성제의 함유량은 일정량 미만이다.
- [0013] 본 발명자들은, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B) 및 지방산염 (C) 를 각각 일정량 함유하고, 또한 논이온계 계면 활성제의 함유량이 일정량 미만인 PVA 필름이, 광학 결함 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮고, 박리성이 양호한 것을 알아냈다. 그리고, 이와 같은 PVA 필름을 사용함으로써, 편광 성능이 우수한 편광 필름이 얻어지는 것이 분명해졌다. 본 발명자들은, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B) 및 지방산염 (C) 의 함유량이 일정 범위에 없는 경우, 필름 품질과 박리성이 양호한 PVA 필름이 얻어지지 않은 것을 확인하고 있다. 또, 본 발명자들은, 논이온계 계면 활성제의 함유량이 일정량을 초과하는 경우, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이 높아지는 것도 확인하고 있다.
- [0014] 따라서, 본 발명과 같이, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B) 및 지방산염 (C) 를 각각 일정량 함유하고, 또한 논이온계 계면 활성제의 함유량이 일정량 미만인 PVA 필름인 것이 중요하다. 이와 같은 구성을 만족함으로써, 광학 결함 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮고, 박리성이 양호하고, 편광 필름으로 가공했을 때의 편광 성능이 우수한 PVA 필름을 얻을 수 있다.
- [0015] [PVA (A)]
- [0016] PVA (A) 로는, 비닐에스테르를 중합하여 얻어지는 비닐에스테르계 중합체를 비누화함으로써 제조된 것을 사용할 수 있다. 비닐에스테르로는, 예를 들어, 포름산비닐, 아세트산비닐, 프로피온산비닐, 발레르산비닐, 라우르산비닐, 스테아르산비닐, 벤조산비닐, 피발산비닐, 버사트산비닐 등을 들 수 있다. 이들은 1 종류를 단독으로 사용해도 되고, 2 종류 이상을 병용해도 되지만 전자가 바람직하다. 입수성, 비용, PVA (A) 의 생산성 등의 관점에서 비닐에스테르로서 아세트산비닐이 바람직하다.
- [0017] 비닐에스테르와 공중합 가능한 다른 모노머로는, 예를 들어, 에틸렌 ; 프로필렌, 1-부텐, 이소부텐 등의 탄소수 3 ~ 30 의 올레핀 ; 아크릴산 또는 그 염 ; 아크릴산메틸, 아크릴산에틸, 아크릴산 n-프로필, 아크릴산 i-프로필, 아크릴산 n-부틸, 아크릴산 i-부틸, 아크릴산 t-부틸, 아크릴산 2-에틸헥실, 아크릴산도데실, 아크릴산옥타데실 등의 아크릴산에스테르 ; 메타크릴산 또는 그 염 ; 메타크릴산메틸, 메타크릴산에틸, 메타크릴산 n-프로필, 메타크릴산 i-프로필, 메타크릴산 n-부틸, 메타크릴산 i-부틸, 메타크릴산 t-부틸, 메타크릴산 2-에틸헥실, 메타크릴산도데실, 메타크릴산옥타데실 등의 메타크릴산에스테르 ; 아크릴아미드, N-메틸아크릴아미드, N-에틸아크릴아미드, N,N-디메틸아크릴아미드, 디아세톤아크릴아미드, 아크릴아미드프로판술폰산 또는 그 염, 아크릴아미드프로필디메틸아민 또는 그 염, N-메틸올아크릴아미드 또는 그 유도체 등의 아크릴아미드 유도체 ; 메타크릴아미드, N-메틸메타크릴아미드, N-에틸메타크릴아미드, 메타크릴아미드프로판술폰산 또는 그 염, 메타크릴아미드프로필디메틸아민 또는 그 염, N-메틸올메타크릴아미드 또는 그 유도체 등의 메타크릴아미드 유도체 ; N-비닐포름아미드, N-비닐아세트아미드, N-비닐피롤리돈 등의 N-비닐아미드 ; 메틸비닐에테르, 에틸비닐에테르, n-프로필비닐에테르, i-프로필비닐에테르, n-부틸비닐에테르, i-부틸비닐에테르, t-부틸비닐에테르, 도데실비닐에테르, 스테아릴비닐에테르 등의 비닐에테르 ; 아크릴로니트릴, 메타크릴로니트릴 등의 시안화비닐 ; 염화비닐, 염화비닐리덴, 불화비닐, 불화비닐리덴 등의 할로겐화비닐 ; 아세트산알릴, 염화알릴 등의 알릴 화합물 ; 말레산 또는 그 염, 에스테르 혹은 산 무수물 ; 이타콘산 또는 그 염, 에스테르 혹은 산 무수물 ; 비닐트리메톡시실란 등의 비닐실릴화합물 ; 아세트산이소프로페닐 등을 들 수 있다. 이들 다른 모노머는 1 종류를 단독으로 사용해도 되고, 2 종류 이상을 병용해도 된다. 그 중에서도, 다른 모노머로서, 에틸렌 및 탄소수 3 ~ 30 의 올레핀이 바람직하고, 에틸렌이 보다 바람직하다.
- [0018] 상기 비닐에스테르계 중합체에서 차지하는 상기 다른 모노머에서 유래하는 구조 단위의 비율에 특별히 제한은 없지만, 비닐에스테르계 중합체를 구성하는 전체 구조 단위의 몰수에 기초하여, 15 몰% 이하인 것이 바람직하고, 5 몰% 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0019] PVA (A) 의 중합도에 반드시 제한은 없지만, 중합도가 내려감에 따라 필름 강도가 저하하는 경향이 있는 점에서 200 이상인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 300 이상, 더욱 바람직하게는 400 이상, 특히 바람직하게는 500 이상이다. 또, 중합도가 지나치게 높으면 PVA (A) 의 수용액 혹은 용융된 PVA (A) 의 점도가 높아져, 제막이 어려워지는 경향이 있는 점에서, 10,000 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 9,000 이하, 더욱 바람직하게는 8,000 이하, 특히 바람직하게는 7,000 이하이다. 여기서 PVA (A) 의 중합도란, JIS K6726-

1994 의 기재에 준해 측정되는 평균 중합도를 의미하고, PVA (A) 를 재비누화하고, 정제한 후, 30 ℃ 의 수중에서 측정한 극한 점도 $[\eta]$ (단위 : 데시리터/g) 로부터 다음 식에 의해 구해진다.

[0020]
$$\text{중합도} = ([\eta] \times 10^4 / 8.29)^{(1/0.62)}$$

[0021] PVA (A) 의 비누화도에 특별히 제한은 없고, 예를 들어 60 몰% 이상의 PVA (A) 를 사용할 수 있지만, 편광 필름 등의 광학 필름 제조용의 원단 필름으로서 사용하는 관점에서, PVA (A) 의 비누화도는 95 몰% 이상인 것이 바람직하고, 98 몰% 이상인 것이 보다 바람직하고, 99 몰% 이상인 것이 더욱 바람직하다. 여기서 PVA (A) 의 비누화도란, PVA (A) 가 갖는, 비누화에 의해 비닐알코올 단위로 변환될 수 있는 구조 단위 (전형적으로는 비닐에스테르계 모노머 단위) 와 비닐알코올 단위의 합계 몰수에 대해 당해 비닐알코올 단위의 몰수가 차지하는 비율 (몰%) 을 의미한다. PVA (A) 의 비누화도는, JIS K6726-1994 의 기재에 준해 측정할 수 있다.

[0022] PVA (A) 는, 1 종의 PVA 를 단독으로 사용해도 되고, 중합도, 비누화도, 변성도 등이 상이한 2 종 이상의 PVA 를 병용해도 된다. 단, PVA 필름이, 카르복실기, 술폰산기 등의 산성 관능기를 갖는 PVA ; 산 무수물기를 갖는 PVA ; 아미노기 등의 염기성 관능기를 갖는 PVA ; 이들의 중화물 등, 가교 반응을 촉진시키는 관능기를 갖는 PVA 를 함유하면, PVA 분자 간의 가교 반응에 의해 당해 PVA 필름의 2 차 가공성이 저하하는 경우가 있다. 따라서, 광학 필름 제조용의 원단 필름과 같이, 우수한 2 차 가공성이 요구되는 경우에 있어서는, PVA (A) 에 있어서의, 산성 관능기를 갖는 PVA, 산 무수물기를 갖는 PVA, 염기성 관능기를 갖는 PVA 및 이들의 중화물의 함유량은 각각 0.1 질량% 이하인 것이 바람직하고, 모두 함유하지 않는 것이 보다 바람직하다.

[0023] 상기 PVA 필름에 있어서의 PVA (A) 의 함유율은, 50 질량% 이상인 것이 바람직하고, 70 질량% 이상인 것이 보다 바람직하고, 85 질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다. PVA (A) 의 함유율은, 통상, 90 질량% 이하이다.

[0024] [아니온계 계면 활성제 (B)]

[0025] 본 발명에서 사용되는 아니온계 계면 활성제 (B) 는 황산에스테르염형 또는 술폰산염형이다. 아니온계 계면 활성제 (B) 의 탄소수는 특별히 한정되지 않지만, 9 이상인 것이 바람직하고, 10 이상인 것이 보다 바람직하고, 12 이상인 것이 더욱 바람직하다. 한편, 탄소수는, 30 이하인 것이 바람직하고, 26 이하인 것이 보다 바람직하고, 20 이하인 것이 더욱 바람직하고, 16 이하인 것이 특히 바람직하다.

[0026] 상기 황산에스테르염형으로는, 알킬황산나트륨, 알킬황산칼륨, 알킬황산암모늄, 알킬황산트리에탄올아민, 폴리옥시에틸렌알킬에테르황산나트륨, 폴리옥시프로필렌알킬에테르황산나트륨, 폴리옥시에틸렌알킬페닐에테르황산나트륨 등을 들 수 있다. 상기 알킬로는, 탄소수 8 ~ 20 의 알킬이 바람직하고, 탄소수 10 ~ 16 의 알킬이 보다 바람직하다.

[0027] 상기 술폰산염형으로는, 알킬술폰산나트륨, 알킬술폰산칼륨, 알킬술폰산암모늄, 알킬술폰산트리에탄올아민, 알킬벤젠술폰산나트륨, 도데실디페닐에테르디술폰산 2 나트륨, 알킬나프탈렌술폰산나트륨, 알킬술폰숙신산 2 나트륨, 폴리옥시에틸렌알킬술폰숙신산 2 나트륨 등을 들 수 있다. 상기 알킬로는, 탄소수 8 ~ 20 의 알킬이 바람직하고, 탄소수 10 ~ 16 의 알킬이 보다 바람직하다.

[0028] 상기의 계면 활성제는 1 종만을 단독으로 사용해도 되고, 2 종 이상을 병용해도 된다. 그 중에서도, 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값이 낮아지는 관점에서, 아니온계 계면 활성제 (B) 가 술폰산염형인 것이 바람직하다.

[0029] 본 발명의 PVA 필름에 있어서, 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량은, PVA (A) 100 질량부에 대해 0.01 ~ 0.20 질량부이다. 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량이 0.01 질량부 미만인 경우, PVA 필름에 광학 결함이 다수 발생한다, 헤이즈의 값이 높아진다, PVA 필름에 있어서 활성제 응집물의 개수가 많아진다, 라는 문제가 발생한다. 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량은, 0.015 질량부 이상인 것이 바람직하다. 한편, 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량이 0.20 질량부를 초과하는 경우, PVA 필름에 광학 결함이 다수 발생한다. 아니온계 계면 활성제 (B) 의 함유량은, 0.18 질량부 이하인 것이 바람직하고, 0.13 질량부 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.11 질량부 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0030] [지방산염 (C)]

[0031] 지방산염 (C) 는 특별히 한정되지 않지만, 탄소수 8 ~ 18 의 지방산의 알칼리 금속염 또는 아민염인 것이 바람직하다. 여기서 말하는 탄소수란, 지방산염 (C) 에 있어서의, 염을 형성하는 지방산의 탄소수를 말한다. 탄소수가 8 미만인 경우, PVA 필름에 광학 결함이 발생함과 함께 박리성이 나빠질 우려가 있다.

탄소수는, 10 이상인 것이 보다 바람직하고, 12 이상인 것이 더욱 바람직하다. 한편, 탄소수가 18 을 초과하는 경우, 헤이즈의 값이 높아진다, PVA 필름에 있어서 활성제 응집물의 개수가 많아진다는 우려가 있다. 탄소수는 16 이하인 것이 보다 바람직하다. 당해 지방산으로서 포화 지방산 또는 불포화 지방산을 사용할 수 있지만, 열안정성의 관점에서, 포화 지방산이 바람직하다. 당해 포화 지방산으로는, 카프르산, 라우르산, 미리스트산, 팔미트산 등의 포화 지방산이 바람직하다.

[0032] 본 발명에서 사용되는 지방산염 (C) 는, 알칼리 금속염 또는 아민염이다. 알칼리 금속염에 있어서의 알칼리 금속 이온으로는, 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐, 세슘의 이온을 들 수 있다. 아민염에 있어서의 아민으로는, 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민 등의 알칸올아민 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 지방산염 (C) 는 아민염인 것이 바람직하다. 또, 아민염에 있어서의 아민으로는, 용해성의 관점에서, 디에탄올아민이 바람직하다.

[0033] 본 발명의 PVA 필름에 있어서, 지방산염 (C) 의 함유량은, PVA (A) 100 질량부에 대해 0.02 ~ 0.20 질량부이다. 지방산염 (C) 의 함유량이 0.02 질량부 미만인 경우, PVA 필름에 광학 결함이 다수 발생함과 함께 박리성이 나빠진다. 지방산염 (C) 의 함유량은, 0.03 질량부 이상인 것이 바람직하다. 한편, 지방산염 (C) 의 함유량이 0.20 질량부를 초과하는 경우, PVA 필름의 활성제 응집물의 개수가 많아진다, 헤이즈의 값이 높아진다, 라는 문제가 발생한다. 지방산염 (C) 의 함유량은, 0.18 질량부 이하인 것이 바람직하고, 0.15 질량부 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.10 질량부 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0034] 본 발명에 있어서, 논이온계 계면 활성제의 함유량은, PVA (A) 100 질량부에 대해 0.01 질량부 미만이다. 논이온계 계면 활성제의 함유량이 0.01 질량부 이상인 경우, 활성제 응집물의 개수가 많아진다, 헤이즈의 값이 높아진다, 라는 문제가 발생한다. 논이온계 계면 활성제의 함유량은 0.008 질량부 이하인 것이 바람직하고, 0.006 질량부 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.004 질량부 이하인 것이 더욱 바람직하고, 실질적으로 함유하지 않는 것이 특히 바람직하다.

[0035] 논이온계 계면 활성제로는, 예를 들어, 폴리옥시에틸렌올레일에테르 등의 알킬에테르형 ; 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 등의 알킬페닐에테르형 ; 폴리옥시에틸렌라우레이트 등의 알킬에스테르형 ; 폴리옥시에틸렌라우릴아미노에테르 등의 알킬아민형 ; 폴리옥시에틸렌라우르산아미드 등의 알킬아미드형 ; 폴리옥시에틸렌폴리옥시프로필렌에테르 등의 폴리프로필렌글리콜에테르형 ; 라우르산디에탄올아미드, 올레산디에탄올아미드 등의 지방족 알칸올아미드형 ; 폴리옥시알킬렌알틸페닐에테르 등의 알틸페닐에테르형 등을 들 수 있다.

[0036] 본 발명에 있어서, 아니온계 계면 활성제 (B) 와 지방산염 (C) 의 함유량 비율 (B : C) 이 25 : 75 ~ 75 : 25 인 것이 바람직하다. 함유량 비율 (B : C) 이 25 : 75 미만인 경우, PVA 필름에 광학 결함이 다수 발생한다, PVA 필름의 활성제 응집물의 개수가 많아진다, 라는 문제가 발생할 우려가 있다. 함유 질량 비율 (B : C) 은, 30 : 70 이상인 것이 보다 바람직하다. 한편, 함유량 비율 (B : C) 이, 75 : 25 를 초과하는 경우, 박리성이 나빠질 우려가 있다. 함유량 비율 (B : C) 은, 60 : 40 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0037] [PVA 필름]

[0038] PVA 필름에 유연성을 부여시킬 수 있는 관점에서, 본 발명의 PVA 필름은 가소제를 함유하는 것이 바람직하다. 바람직한 가소제로는 다가 알코올을 들 수 있고, 구체적으로는, 에틸렌글리콜, 글리세린, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜, 트리메틸올프로판 등을 들 수 있다. 이들은 1 종의 가소제만을 사용해도 되고, 2 종 이상의 가소제를 병용해도 된다. 그 중에서도, PVA (A) 와의 상용성이 나 입수성 등의 관점에서, 에틸렌글리콜 또는 글리세린이 바람직하다.

[0039] 가소제의 함유량은, PVA (A) 100 질량부에 대해 1 ~ 30 질량부의 범위 내인 것이 바람직하다. 가소제의 함유량이 1 질량부 이상이면 충격 강도 등의 기계적 물성이나 2 차 가공 시의 공정 통과성에 문제가 생기기 어렵다. 한편, 가소제의 함유량이 30 질량부 이하이면 필름이 적당히 유연해져, 취급성이 향상된다.

[0040] 본 발명의 PVA 필름은, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 지방산염 (C) 및 가소제 이외의 다른 성분을, 필요에 따라 추가로 함유하고 있어도 된다. 이와 같은 다른 성분으로는, 예를 들어, 수분, 산화 방지제, 자외선 흡수제, 활제, 착색제, 충전제 (무기물 입자 · 전분 등), 방부제, 방미제, 상기한 성분 이외의 다른 고분자 화합물 등을 들 수 있다. PVA 필름 중의 다른 성분의 함유량은 10 질량% 이하가 바람직하다.

[0041] 본 발명의 PVA 필름의 폭에 특별히 제한은 없다. 최근 폭이 넓은 편광 필름이 요구되고 있는 점에서, 당해 폭은 1.5 m 이상인 것이 바람직하다. 또, PVA 필름의 폭이 너무 지나치게 넓으면, PVA 필름을 제막하기 위한 제막 장치의 제조 비용이 증가하거나, 나아가서는, 실용화되어 있는 제조 장치로 광학 필름을 제조하는 경우

에 있어서 균일하게 연신하는 것이 곤란하게 되거나 하는 경우가 있는 점에서, 통상, PVA 필름의 폭은 7.5 m 이하이다.

[0042] 본 발명의 PVA 필름의 형상은 특별히 제한되지 않지만, 보다 균일한 PVA 필름을 연속하여 원활하게 제조할 수 있는 점이나, 광학 필름 등을 제조할 때에 연속하여 사용하는 점 등에서, 길이가 긴 필름인 것이 바람직하다.

길이가 긴 필름의 길이 (흐름 방향의 길이) 는 특별히 제한되지 않고, 적절히 설정할 수 있다. 필름의 길이는, 3,000 m 이상인 것이 바람직하다. 한편, 필름의 길이는, 30,000 m 이하인 것이 바람직하다. 길이가 긴 필름은 코어에 권취하는 등 하여 필름 롤로 하는 것이 바람직하다.

[0043] 본 발명의 PVA 필름의 두께는 특별히 제한되지 않고, 적절히 설정할 수 있다. 편광 필름 등의 광학 필름 제조용의 원단 필름으로서 사용하는 관점에서, 필름의 두께는, 10 ~ 70 μm 인 것이 바람직하다. 또한, PVA 필름의 두께는, 임의의 10 지점에 있어서 측정된 값의 평균값으로서 구할 수 있다.

[0044] 본 발명의 PVA 필름의 헤이즈 및 활성제 응집물의 개수는, 하기의 실시예에 기재된 방법에 의해 측정된다. 이러한 헤이즈의 값은, 0.3 이하인 것이 바람직하고, 0.2 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.15 이하인 것이 더욱 바람직하다. 또, 이러한 활성제 응집물의 개수는, 240 개 이하인 것이 바람직하고, 180 개 이하인 것이 보다 바람직하고, 75 개 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0045] 본 발명의 PVA 필름의 제조 방법은 특별히 한정되지 않지만, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B) 및 지방산염 (C) 를 함유하는 PVA 필름의 제조 방법으로서, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B) 및 지방산염 (C) 를 배합하여 제막 원액을 조제하는 공정과, 당해 제막 원액을 사용하여 제막하는 공정을 갖는 PVA 필름의 제조 방법인 것이 바람직하다. 이때, 상기 서술한 바와 같이, 논이온계 계면 활성제의 함유량은 일정량 미만인 것이 바람직하다.

[0046] 제막 원액을 조제하는 공정에 있어서, 액체 매체를 추가로 배합할 수도 있다. 이때의 액체 매체로는, 예를 들어, 물, 디메틸설폭시드, 디메틸포름아미드, 디메틸아세트아미드, N-메틸피롤리돈, 에틸렌글리콜, 글리세린, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜, 트리메틸올프로판, 에틸렌디아민, 디에틸렌트리아민 등을 들 수 있고, 이들 중의 1 종 또는 2 종 이상을 사용할 수 있다. 그 중에서도, 환경에 주는 부하가 작은 점이나 회수성의 점으로부터 물이 바람직하다.

[0047] 본 발명의 PVA 필름의 제조 방법에 있어서, 예를 들어, PVA (A), 아니온계 계면 활성제 (B), 지방산염 (C), 액체 매체, 및 필요에 따라 추가로 상기한 가소제나 그 밖의 성분을 함유하는 제막 원액을 사용하고, 유연 제막법이나 용융 압출 제막법 등 공지된 방법을 채용할 수 있다. 또한, 제막 원액은, PVA (A) 가 액체 매체에 용해되어 이루어지는 것이어도 되고, PVA (A) 가 용융된 것이어도 된다.

[0048] 제막 원액의 휘발분율 (제막 시에 휘발이나 증발에 의해 제거되는 액체 매체 등의 휘발성 성분의 제막 원액 중에 있어서의 함유 비율) 은 제막 방법, 제막 조건 등에 따라서도 상이한데, 50 ~ 90 질량% 의 범위 내인 것이 바람직하고, 55 ~ 80 질량% 의 범위 내인 것이 보다 바람직하다. 제막 원액의 휘발분율이 50 질량% 이상임으로써, 제막 원액의 점도가 지나치게 높아지지 않아 제막이 용이하게 된다. 한편, 제막 원액의 휘발분율이 90 질량% 이하임으로써, 제막 원액의 점도가 지나치게 낮아지지 않아 얻어지는 PVA 필름의 두께 균일성이 향상된다.

[0049] 상기의 제막 원액을 사용하여, 유연 제막법이나 용융 압출 제막법에 의해 본 발명의 PVA 필름이 바람직하게 제조된다. 이때의 구체적인 제조 방법에 특별히 제한은 없고, 예를 들어, 당해 제막 원액을 드럼이나 벨트 등의 지지체 상에 막상으로 유연 또는 토출하고, 당해 지지체 상에서 건조시킴으로써 얻을 수 있다. 얻어진 필름에 대해, 필요에 따라, 건조 롤이나 열풍 건조 장치에 의해 추가로 건조하거나, 열 처리 장치에 의해 열 처리를 실시하거나, 조습 장치에 의해 조습하거나 해도 된다. 제조된 PVA 필름은, 코어에 권취하는 등 하여 필름 롤로 하는 것이 바람직하다. 또, 제조된 PVA 필름의 폭 방향의 양 단부 (端部) 를 잘라내도 된다.

[0050] 본 발명의 PVA 필름은, 편광 필름, 위상차 필름, 특수 집광 필름 등을 제조하기 위한 원단 필름으로서 바람직하게 사용할 수 있다. 본 발명에 의해, 광학 성능이 우수하고, 품질이 높은 PVA 필름을 얻을 수 있다. 따라서, 광학용 PVA 필름인 것이 본 발명의 바람직한 실시양태이다.

[0051] 상기 PVA 필름을 염색하는 공정과 연신하는 공정을 갖는 편광 필름의 제조 방법이 본 발명의 바람직한 실시양태이다. 당해 제조 방법이 추가로 고정 처리 공정, 건조 처리 공정, 열 처리 공정 등을 가지고 있어도 된다. 염색과 연신의 순서는 특별히 한정되지 않고, 연신 처리 전에 염색 처리를 실시해도 되고, 연신 처리와 동시에 염색 처리를 실시해도 되고, 또는 연신 처리 후에 염색 처리를 실시해도 된다. 또, 연신, 염색 등의 공

정은 복수회 반복해도 된다. 특히 연신을 2 단 이상으로 나누면 균일한 연신을 실시하기 쉬워지기 때문에 바람직하다.

[0052] PVA 필름의 염색에 사용하는 염료로는, 요오드 또는 이색성 유기 염료 (예를 들어, DirectBlack 17, 19, 154 ; DirectBrown 44, 106, 195, 210, 223 ; DirectRed 2, 23, 28, 31, 37, 39, 79, 81, 240, 242, 247 ; DirectBlue 1, 15, 22, 78, 90, 98, 151, 168, 202, 236, 249, 270 ; DirectViolet 9, 12, 51, 98 ; DirectGreen 1, 85 ; DirectYellow 8, 12, 44, 86, 87 ; DirectOrange 26, 39, 106, 107 등의 이색성 염료) 등을 사용할 수 있다. 이들 염료는, 1 종을 단독으로 또는 2 종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 염색은, 통상, 상기 염료를 함유하는 용액 중에 PVA 필름을 침지함으로써 실시할 수 있지만, 그 처리 조건이나 처리 방법은 특별히 제한되는 것은 아니다.

[0053] PVA 필름을 연신하는 방법으로서, 1 축 연신 방법 및 2 축 연신 방법을 들 수 있고, 전자가 바람직하다. PVA 필름을 흐름 방향 (MD) 등으로 연신하는 1 축 연신은, 습식 연신법 또는 건열 연신법 중 어느 것으로 실시해도 되는데, 얻어지는 편광 필름의 성능 및 품질의 안정성의 관점에서 습식 연신법이 바람직하다. 습식 연신법으로는, PVA 필름을, 순수, 첨가제나 수용성의 유기 용매 등의 각종 성분을 포함하는 수용액, 또는 각종 성분이 분산된 수분산액 중에서 연신하는 방법을 들 수 있다. 습식 연신법에 의한 1 축 연신 방법의 구체예로는, 봉산을 포함하는 온수 중에서 1 축 연신하는 방법, 상기 염료를 함유하는 용액 중이나 후술하는 고정 처리욕 중에서 1 축 연신하는 방법 등을 들 수 있다. 또, 흡수 후의 PVA 필름을 사용하여 공기 중에서 1 축 연신해도 되고, 그 밖의 방법으로 1 축 연신해도 된다.

[0054] 1 축 연신할 때의 연신 온도는 특별히 한정되지 않지만, 습식 연신하는 경우에는 바람직하게는 20 ~ 90 ℃, 보다 바람직하게는 25 ~ 70 ℃, 더욱 바람직하게는 30 ~ 65 ℃ 의 범위 내의 온도가 채용되고, 건열 연신하는 경우에는 바람직하게는 50 ~ 180 ℃ 의 범위 내의 온도가 채용된다.

[0055] 1 축 연신 처리의 연신 배율 (다단으로 1 축 연신을 실시하는 경우에는 합계의 연신 배율) 은, 편광 성능의 점으로부터 필름이 절단되기 직전까지 가능한 한 연신하는 것이 바람직하고, 구체적으로는 4 배 이상인 것이 바람직하고, 5 배 이상인 것이 보다 바람직하고, 5.5 배 이상인 것이 더욱 바람직하다. 연신 배율의 상한은 필름이 파단하지 않는 한 특별히 제한은 없지만, 균일한 연신을 실시하기 위해서는 8.0 배 이하인 것이 바람직하다.

[0056] 편광 필름의 제조에 있어서는, 1 축 연신된 PVA 필름에 대한 염료의 흡착을 강고하게 하기 위해서, 고정 처리를 실시하는 것이 바람직하다. 고정 처리로는, 일반적인 봉산 및/또는 봉소 화합물을 첨가한 처리욕 중에 PVA 필름을 침지하는 방법 등을 채용할 수 있다. 그 때에, 필요에 따라 처리욕 중에 요오드 화합물을 첨가해도 된다.

[0057] 1 축 연신 처리, 또는 1 축 연신 처리와 고정 처리를 실시한 PVA 필름을 이어서 건조 처리나 열 처리를 실시하는 것이 바람직하다. 건조 처리나 열 처리의 온도는 30 ~ 150 ℃ 가 바람직하고, 특히 50 ~ 140 ℃ 인 것이 바람직하다. 온도가 지나치게 낮으면, 얻어지는 편광 필름의 치수 안정성이 저하하기 쉬워진다. 한편, 온도가 지나치게 높으면 염료의 분해 등에 수반하는 편광 성능의 저하가 발생하기 쉬워진다.

[0058] 상기와 같이 하여 얻어진 편광 필름의 양면 또는 편면에, 광학적으로 투명하고, 또한 기계적 강도를 갖는 보호막을 접합하여 편광판으로 할 수 있다. 그 경우의 보호막으로는, 3 아세트산셀룰로오스 (TAC) 필름, 아세트산·부티르산셀룰로오스 (CAB) 필름, 아크릴계 필름, 폴리에스테르계 필름 등이 사용된다. 또, 보호막을 접합하기 위한 접착제로는, PVA 계 접착제나 우레탄계 접착제 등이 일반적으로 사용되고 있고, 그 중에서도 PVA 계 접착제가 바람직하게 사용된다.

[0059] 상기와 같이 하여 얻어진 편광판은, 아크릴계 등의 점착제를 피복한 후, 유리 기판에 접합하여 액정 디스플레이 장치의 부품으로서 사용할 수 있다. 편광판을 유리 기판에 접합할 때에, 위상차 필름, 시야각 향상 필름, 휘도 향상 필름 등을 동시에 접합하여도 된다.

[0060] 실시예

[0061] 이하에, 본 발명을 실시예 등에 의해 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들의 실시예에 의해 하등 한정되는 것은 아니다.

[0062] [PVA 필름 제조의 공정 통과성]

- [0063] (박리성)
- [0064] 4000 m 이상의 길이가 긴 필름의 제막에 있어서, 캐스트 드럼으로부터 막을 박리할 때에, 문제 없이 박리할 수 있었던 것을 A, 부분적으로 드럼에 부착되지만 용이하게 박리되어 생산성에 문제가 없는 것을 B, 드럼에의 부착으로 박리할 수 없었던 것을 C 로서 평가하였다.
- [0065] [PVA 필름의 품질]
- [0066] (광학 결함의 평가 방법)
- [0067] PVA 필름 상의 제막 시의 흐름 방향 (MD 방향) 에 평행으로 존재하는 줄무늬상의 결점과 샤프 스킨상의 결점을 육안으로 관찰하여 평가하였다. 구체적으로는 이하의 실시예, 비교예에서 얻어진 PVA 필름으로부터 잘라낸 샘플편을 MD 방향이 수직이 되도록 매달고, 그 배후에 30 W 의 직관상 형광등을 수직으로 놓고 점등하고, 광학 결함에 대해, 이하의 기준으로 평가하였다.
- [0068] A : 줄무늬상과 샤프 스킨상의 결함이 전혀 없어 제품에 가장 적합한 레벨.
- [0069] B : 줄무늬상 또는 샤프 스킨상의 결함이 곳곳에 있지만 제품으로서 사용 가능한 레벨.
- [0070] C : 줄무늬상 또는 샤프 스킨상의 결함이 다수 있어 제품에 적합하지 않은 레벨.
- [0071] (헤이즈의 측정 방법)
- [0072] 측정 대상이 되는 PVA 필름 롤의 표층 측으로부터 10 m 의 영역을 잘라내고, 또한 임의의 위치로부터 MD 50 mm × TD 50 mm 의 정방형 (두께 60 μ m) 의 샘플편을 3 장 채취하였다. 채취한 샘플을 스가 시험기 주식회사 제조의 헤이즈미터 「HZ-2」 를 사용하고, JIS K7136 에 준하여, 상기 PVA 필름의 중앙부의 헤이즈를 각 3 회 측정하고, 그 평균값을 구하였다.
- [0073] (활성제 응집물의 개수 측정 방법)
- [0074] 측정 대상이 되는 PVA 필름 롤의 표층 측으로부터 10 m 의 영역을 잘라내고, 또한 임의의 위치로부터 MD 50 mm × TD 50 mm (두께 60 μ m) 의 샘플편을 채취하였다. 채취한 샘플을 키엔스 주식회사 제조의 마이크로스코프 VHX6000 (배율은 1000 배) 을 사용하여 필름 두께 방향으로 약 1 μ m 간격의 위치의 화상을 촬영하고, 촬영한 화상에 찍힌 활성제 응집물의 개수를 세었다.
- [0075] [편광 필름의 제작]
- [0076] 실시예, 비교예에서 얻어진 PVA 필름 롤로부터 잘라낸 폭 650 mm 의 길이가 긴 PVA 필름을 연속적으로 권출하고, 팽윤 처리, 염색 처리, 가교 처리, 연신 처리, 고정 처리 및 건조 처리를 이 순서로 실시하여 편광 필름을 제조하고, MD 30 cm × TD 20 cm 의 샘플을 채취하였다.
- [0077] 상기 각 처리의 조건은, 이하와 같다. 팽윤 처리로서, PVA 필름을 증류수 (온도 : 30 $^{\circ}$ C) 중에 1 분간 침지하고, 그 동안에 원래의 길이의 2.0 배로 길이 방향 (MD) 으로 1 축 연신하였다. 염색 처리로서, 요오드계 색소를 함유하는 수용액 (요오드의 농도 : 0.02 ~ 0.05 질량%, 요오드화칼륨의 농도 : 1.0 질량%, 온도 : 32 $^{\circ}$ C) 중에 1 분간 침지하고, 그 동안에 원래의 길이의 2.5 배까지 길이 방향 (MD) 으로 1 축 연신하였다. 가교 처리로서, 붕산 수용액 (붕산 농도 : 2.6 질량%, 온도 : 32 $^{\circ}$ C) 중에 2 분간 침지하고, 그 동안에 원래의 길이의 3.6 배까지 길이 방향 (MD) 으로 1 축 연신하였다. 연신 처리로서, 붕산 수용액 (붕산 농도 : 2.8 질량%, 요오드화칼륨 농도 : 5.0 질량%, 온도 : 57 $^{\circ}$ C) 에 침지하고 있는 동안에 원래의 길이의 6.0 배까지 길이 방향 (MD) 으로 1 축 연신하였다. 고정 처리로서, 붕산 수용액 (붕산 농도 : 1.5 질량%, 요오드화칼륨 농도 : 5.0 질량%, 온도 : 22 $^{\circ}$ C) 중에 10 초간 침지하였다. 그리고 건조 처리로서, 연신된 PVA 필름을 60 $^{\circ}$ C 에서 1 분간 건조하여, 편광 필름으로 하였다.
- [0078] [편광 필름의 편광 성능]
- [0079] (a) 투과율 Ts 의 측정
- [0080] 실시예 또는 비교예에서 얻어진 PVA 필름을 사용하여 제작된 편광 필름으로부터 MD 20 mm × TD 20 mm 의 정방형의 샘플을 2 장 채취하고, 적분구 부착 분광 광도계 (일본 분광 주식회사 제조 「V7100」) 를 사용하여, JIS Z8722 : 2009 (물체색의 측정 방법) 에 준거하고, C 광원, 2 $^{\circ}$ 시야의 가시광 영역의 시감도 보정을 실시하고, 1 장의 샘플에 대해, 길이 방향에 대해 45 $^{\circ}$ 경사지게 한 경우의 광의 투과율과 -45 $^{\circ}$ 경사지게 한 경우의 광의 투

과율을 측정하고, 그들의 평균값 $Ts1$ (%) 을 구하였다. 다른 1 장의 샘플에 대해서도 동일하게 하여, 45° 경사지게 한 경우의 광의 투과율과 -45° 경사지게 한 경우의 광의 투과율을 측정하고, 그들의 평균값 $Ts2$ (%) 를 구하였다. 하기 식 (1) 에 의해 $Ts1$ 과 $Ts2$ 를 평균하고, 편광 필름의 투과율 Ts (%) 로 하였다.

$$Ts = (Ts1 + Ts2)/2 \quad (1)$$

(b) 편광도 V 의 측정

상기 투과율 Ts 의 측정에서 채취한 2 장의 샘플을, 그 길이 방향이 평행이 되도록 겹친 경우의 광의 투과율 $T_{\parallel}$ (%), 및, 길이 방향이 직교하도록 겹친 경우의 광의 투과율 $T_{\perp}$ (%) 를, 상기 「(a) 투과율 Ts 의 측정」의 경우와 동일하게 하여 측정하고, 하기 식 (2) 에 의해 편광도 V (%) 를 구하였다.

$$V = \{(T_{\parallel} - T_{\perp})/(T_{\parallel} + T_{\perp})\}^{1/2} \times 100 \quad (2)$$

(c) 광 투과성

염색욕의 요오드 농도를 조정함으로써 제작한 투과율 Ts 가 43.0 % 내지 44.0 % 인 편광자에 대해, 투과율 Ts 와 편광도 V 의 관계로부터, 편광도 V 가 99.995 % 에 있어서의 투과율 Ts 를 산출하고, 광 투과성의 지표로 하였다.

실시예 1

PVA (A) 로서 중합도 2400, 비누화도 99.9 몰% 의 PVA (아세트산비닐의 단독 중합체의 비누화물) 의 칩을 사용하였다. 당해 PVA 의 칩 100 질량부를 35°C 의 증류수 2500 질량부에 침지시킨 후, 원심 탈수를 실시하여, 휘발분을 60 질량% 의 PVA 함수 칩을 얻었다.

당해 PVA 함수 칩 250 질량부 (건조 PVA 는 100 질량부) 에 대해, 증류수 25 질량부, 글리세린 12 질량부, 아니온계 계면 활성제 (B) 0.02 질량부, 지방산염 (C) 0.04 질량부 혼합한 후, 얻어진 혼합물을 2 축 압출기로 가열 용융 (최고 온도 130°C) 하여 제막 원액으로 하였다. 이때 사용한 아니온계 계면 활성제 (B) 는, 알킬술폰 산나트륨 (알킬기의 탄소수가 15) 이며, 지방산염 (C) 는, 라우르산의 디에탄올아민염이었다.

이 제막 원액을 열교환기로 100°C 로 냉각한 후, 180 cm 폭의 코트 행거 다이로부터 표면 온도가 90°C 인 드럼 상에 압출 제막하고, 추가로 열풍 건조 장치를 사용하여 건조하고, 이어서, 제막 시의 넥인에 의해 두꺼워진 필름의 양 단부를 잘라냄으로써, 막두께 60 μm , 폭 165 cm 의 PVA 필름을 연속적으로 제조하였다. 이어서, 제조된 PVA 필름 중 길이 4,000 m 분을 원통상의 코어에 권취하여 필름 롤로 하였다. 얻어진 PVA 필름에 대해 상기한 방법에 의해 광학 결함, 헤이즈, 활성제 응집물의 개수를 평가하였다. 또, 얻어진 PVA 필름을 사용하여 편광 필름을 제조하고, 편광 성능으로서 광 투과성을 평가하였다. 결과를 표 1 에 나타낸다.

실시예 2 ~ 10, 비교예 1 ~ 5

아니온계 계면 활성제 (B), 지방산염 (C) 의 종류 및 사용량을 표 1 에 나타내는 바와 같이 변경한 것 이외에는 실시예 1 과 동일하게 하여 PVA 필름을 제조하고 그것을 평가하였다. 또한, 실시예 6 과 비교예 5 에서 사용한 아니온계 계면 활성제 (B) 는, 황산에스테르염형의 폴리옥시에틸렌라우릴에테르황산나트륨 (알킬기의 탄소수가 12, 에틸렌옥사이드의 부가수가 3), 실시예 7 에서 사용한 지방산염 (C) 는, 라우르산의 칼륨염이며, 실시예 8 에서 사용한 지방산염 (C) 는, 카프르산의 디에탄올아민염이며, 실시예 9 에서 사용한 지방산염 (C) 는, 미리스트산의 디에탄올아민염이며, 실시예 10, 비교예 4, 및 비교예 5 에서 사용한 논이온계 계면 활성제는, 3 급 아미드형의 라우르산디에탄올아미드이다.

표 1 에 나타내는 바와 같이, 실시예 1 ~ 10 의 PVA 필름은, 박리성이 우수하고, 광학 결함, 및 활성제 응집물의 개수가 적고, 헤이즈의 값도 낮고, 품질이 양호하였다. 또, 편광 필름의 광 투과성도 우수하고, 실시예 1 ~ 4, 실시예 6 ~ 8, 및 실시예 10 의 광 투과성은 특히 우수하였다. 한편, 지방산염 (C) 가 많은 비교예 1 의 PVA 필름은, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이 높았다. 또, 편광 필름의 광 투과성도 양호하지 않았다. 지방산염 (C) 를 함유하지 않는 비교예 2 의 PVA 필름은, 박리성이 양호하지 않고, 광학 결함이 다수 발생하였다. 아니온계 계면 활성제 (B) 를 함유하지 않는 비교예 3 의 PVA 필름은, 광학 결함이 다수 발생하고, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이 높았다. 아니온계 계면 활성제 (B) 와 지방산염 (C) 를 함유하는 실시예 2 에 대해, 추가로 논이온계 계면 활성제를 일정량 이상 함유하는 비교예 4 의 PVA 필름은, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이 높았다. 지방산염 (C) 를 함유하지 않고, 논이온계 계면 활성제와 아니온계 계면 활성제를 함유하는 비교예 5 는, 활성제 응집물의 개수가 많고, 헤이즈의 값이

높았다. 또, 편광 필름의 광 투과성도 양호하지 않았다.

표 1

	계면 활성제		지방산염 (C)	필름 중의 함유량 [% PVA]			(B) : (C)	광정 통과성	PVA 필름의 품질			편광 성능
	논이온계 계면 활성제	아니온계 계면 활성제 (B)		논이온계 계면 활성제	아니온계 계면 활성제	지방산염 (C)			광학 결함	헤이즈	활성제 응진물 [개수]	
실시에 1	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.02	0.04	33:67	A	A	0.10	34	43.2
실시에 2	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.04	0.08	33:67	A	A	0.11	46	43.2
실시에 3	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.06	0.12	33:67	A	A	0.12	56	43.2
실시에 4	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.12	0.02	86:14	B	A	0.09	26	43.2
실시에 5	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.02	0.12	14:86	A	B	0.20	195	43.1
실시에 6	-	황산에스테르염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.04	0.08	33:67	A	A	0.12	53	43.2
실시에 7	-	술폰산염형	라우르산 카복실염	-	0.04	0.08	33:67	A	A	0.11	48	43.2
실시에 8	-	술폰산염형	라우르산 카복실염	-	0.04	0.08	33:67	B	B	0.09	25	43.2
실시에 9	-	술폰산염형	라우르산 카복실염	-	0.04	0.08	33:67	A	A	0.23	230	43.1
실시에 10	라우르산 디에탄올아민염	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	0.005	0.04	0.08	33:67	A	A	0.13	70	43.2
비교예 1	-	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	-	0.12	0.24	33:67	A	A	0.40	440	43.0
비교예 2	-	술폰산염형	-	-	0.06	-	100:0	C	C	0.08	19	43.2
비교예 3	-	-	라우르산 디에탄올아민염	-	-	0.12	0:100	A	C	0.30	306	43.1
비교예 4	라우르산 디에탄올아민염	술폰산염형	라우르산 디에탄올아민염	0.02	0.04	0.08	33:67	A	A	0.35	370	43.1
비교예 5	라우르산 디에탄올아민염	황산에스테르염형	-	0.06	0.06	-	-	A	A	0.85	1250	43.0

[0094]