

(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2004-1501

(P2004-1501A)

(43) 公開日 平成16年1月8日(2004.1.8)

(51) Int. Cl.⁷
B29C 41/12
C08J 5/18
G02B 5/30
// **B29K 69:00**
B29L 7:00

F I
B29C 41/12
C08J 5/18 C F D
G02B 5/30
B29K 69:00
B29L 7:00

テーマコード (参考)
2H049
4F071
4F205

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-122444 (P2003-122444)
(22) 出願日 平成15年4月25日 (2003. 4. 25)
(31) 優先権主張番号 60/381, 931
(32) 優先日 平成14年5月20日 (2002. 5. 20)
(33) 優先権主張国 米国 (US)
(31) 優先権主張番号 10/189, 677
(32) 優先日 平成14年7月3日 (2002. 7. 3)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590000846
イーストマン コダック カンパニー
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14650
, ロチェスター, ステイト ストリート 3
43
(74) 代理人 100075258
弁理士 吉田 研二
(74) 代理人 100096976
弁理士 石田 純
(72) 発明者 マーカス エス バーメル
アメリカ合衆国 ニューヨーク ビッツフ
ォード オールド ストーンフィールド
ウェイ 85
Fターム(参考) 2H049 BA42 BB27 BB54 BC09 BC22

最終頁に続く

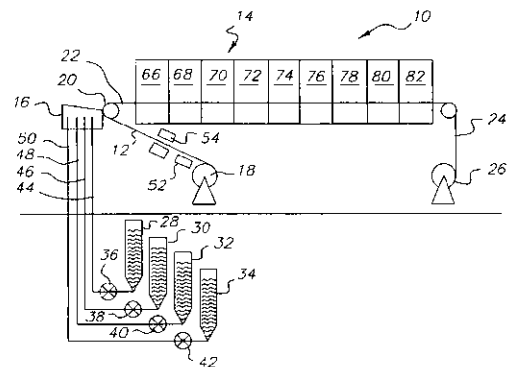
(54) 【発明の名称】 コーティング法およびこれによって作製されたポリカーボネートフィルム

(57) 【要約】

【課題】 良好な寸法安定性および低い複屈折を示すポリカーボネートフィルムおよびその製造方法が必要とされている。

【解決手段】 少なくともポリカーボネートフィルムが実質的に乾くまで支持キャリア基板にポリカーボネートフィルムを仮に接着させ、その後、ポリカーボネートフィルムからキャリア基板を分離することにより、寸法安定性および複屈折改善されたポリカーボネートフィルムを作製する方法を提供する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】

(a)不連続移動キャリア基板上に液体ポリカーボネート/溶媒混合物を被着させる工程と、(b)溶媒を除去して前記液体ポリカーボネート/溶媒混合物を乾燥させ、前記不連続キャリア基板に接着したポリカーボネートフィルムを剥離させる工程とを含むポリカーボネートフィルムを生じさせるコーティング法であって、前記ポリカーボネートフィルムが前記不連続キャリア基板に釈放可能に接着され、よって前記ポリカーボネートフィルムを前記不連続キャリア基板から剥離することを特徴とするコーティング方法。

【請求項2】

約20nm未満である面内遅延を有する被覆されたポリカーボネート層を含むポリカーボネートフィルム。

10

【請求項3】

前記被覆されたポリカーボネート層は少なくとも約85%の光透過率および約1.0未満の曇り度値を有する請求項2に記載のポリカーボネートフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、広くは、樹脂フィルムを製造する方法に関し、より詳しくは、光学フィルムを製造する改善された方法に関し、最も詳しくは、光フィルター、液晶表示装置および他の電子表示装置などの光学装置中の基板、偏光子板、補償板および保護カバーとして用いられるポリカーボネートフィルムおよびその製造方法に関する。

20

【0002】

【従来技術】

ポリカーボネート(PC)は、透明性、機械的強度および熱安定性に関して注目されるフィルムを製造するために用いられる。結果として、ポリカーボネートフィルムには多くの光学的用途がある。特に、透明ポリカーボネートフィルムは、最近、光学的表示装置中の偏光子用の保護カバー、偏光子シート、補償板および電極基板としての用途について提案されている。この点に関して、ポリカーボネートフィルムは、軽量可撓性光学的表示装置画面を製造するためにガラスおよびより不安定な高分子フィルムに代えて用いることが意図されている。これらの表示装置画面は、例えば、パソコン、テレビ、セル電話およびインストルメントパネルで見られる液晶表示装置、OLED(有機発効ダイオード表示装置)およびその他の電子表示装置中で用いることが可能である。

30

【0003】

ポリカーボネート型のポリマーは様々な分子量および基本分子構造周りでの多数の変形で入手できる。ポリマー主鎖中のカーボネート連結と通常は安定化性フェニル基(Ph)の存在は、すべてのポリカーボネートに共通である。商業的に意義深いポリカーボネートに関して、二価フェノールである2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-プロパン(ビスフェノールA)とホスゲンなどのカーボネート前駆体との縮合生成物は、-O-Ph-C(CH₃)₂-Ph-O-CO-の反復単位を有するポリマーを構成する。ビスフェノールA型のポリカーボネートは容易に入手できるとともに比較的安価である。

40

【0004】

一般に、樹脂フィルムは、溶融押出法またはキャスト法法のいずれかによって作製される。溶融押出法は、溶融するまで(およそ100,000cpの概略粘度)樹脂を加熱し、その後、押出ダイを有する高度に研磨された金属帯または金属ドラムに高温溶融ポリマーを被着させ、フィルムを冷却し、最後に金属支持体からフィルムを剥離することを含む。しかし、多くの理由で、溶融押出によって作製されたフィルムは、一般には光学的用途のために適さない。溶融押出フィルムが高度の光学的複屈折を示すという事実は、これらの理由の内の主要なものである。ポリカーボネートポリマーの場合、ポリマーを溶融させる別の問題がある。ポリカーボネートフィルムは、約230の格段に高い溶融温度を

50

有し、300 を超える非常に高い加工温度を必要とする場合がある。これらの高い温度で、ポリカーボネートは加水分解および変色を受けやすい。これらの理由で、溶融押出法は、一般に光学的用途向けに意図されたポリカーボネートフィルムを含む多くの樹脂フィルムを製造するために適さない。むしろ、キャスト法が、一般にこれらのフィルムを製造するために用いられる。

【0005】

光学的用途向けの樹脂フィルムは殆ど全くキャスト法のみによって製造される。キャスト法は、最初に適切な溶媒にポリマーを溶解して、ほぼ50,000cpの高粘度を有する濃厚液を生じさせ、その後、高度に研磨された連続金属帯または連続金属ドラムに粘性濃厚液を押出ダイを通して被着させ、湿りフィルムを部分的に乾燥させ、部分的に乾燥させたフィルムを金属支持体から剥離し、そして部分的に乾燥させたフィルムを炉を通して搬送して、より完全にフィルムから溶媒を除去することを含む。キャストフィルムは、典型的には、40~200 μ mの範囲内の最終乾燥厚さを有する。一般に、40 μ m未満の薄いフィルムは、剥離中および乾燥中の湿りフィルムの脆さのゆえにキャスト法によって製造するのが極めて困難である。200 μ mより厚いフィルムも、最終乾燥工程での溶媒除去に関連した難しさのゆえに製造するのに問題である。キャスト法の溶解工程および乾燥工程は複雑さと費用を付加するけれども、キャストフィルムは、溶融押出法によって作製されたフィルムと比べた時、一般に、より良好な光学的特性を有し、そして高温加工に付随した問題が避けられる。

【0006】

キャスト法によって作製される光学フィルムの例には、1.)ランド(Land)による米国特許第4,895,769号およびカエル(Cael)による米国特許第5,925,289号ならびにハリタ(Harita)による米国特許出願2001/0039319A1号およびサネフジ(Sanefuji)による米国特許出願2002/001700A1号のより最近の開示で開示されたように偏光子を作製するために用いられるポリビニルアルコールシート、2.)イワタ(Iwata)による米国特許第5,695,694号で開示されたように偏光子用の保護カバーのために用いられる三酢酸セルロースシート、3.)ヨシダ(Yoshida)による米国特許第5,818,559号ならびに両方ともタケタニ(Taketani)による米国特許第5,478,518号および第5,561,180号で開示されたように偏光子または遅延板用の保護カバーのために用いられるポリカーボネートシート、ならびに4.)コバヤシ(Kobayashi)による米国特許第5,611,985号ならびに両方ともシロ(Shiro)による米国特許第5,759,449号および第5,958,305号で開示されたように偏光子または遅延板用の保護カバーのために用いられるポリスルホンシートが挙げられる。

【0007】

キャスト法によるポリカーボネートフィルムの製造は、ホシ(Hosoi)による米国特許第6,222,003号に記載されたようにフィルムの搬送中に生じうる摩耗、掻き傷および皺の欠点によって乱される。これらの欠点は、キャスト法の最終的な乾燥運転および巻取り運転において多くの搬送ロール上をフィルムが通過する間に生じる。これらの問題を克服するために、キャストフィルムは潤滑剤として作用する添加剤を含有するか、保護シートを貼合せるか、あるいは両端に刻みを付けて、ポリカーボネートフィルムに対する損傷を最少にすることが可能である。あるいは、ホシ(Hosoi)による米国特許第6,222,003B1号には、搬送ロールとの接触を最少にし、従って引掻きおよび皺を最少にするためにキャストポリカーボネートフィルムの表面上に小さい凹凸を作る方法が開示されている。これらの小さい凹凸は、特殊な乾燥条件に加えてキャスト濃厚液中で非溶媒を使用することによって形成されると言われている。しかし、潤滑剤はフィルムの透明性を損なうことが知られている。さらに、貼合せおよび端刻み付け装置は高価であり、キャストプロセスに複雑さを付加する。最後に、光学的用途のために使用されるべきフィルム上に表面凹凸を意図的に形成するのは複雑であり好ましくない。一般に、光学フィルムは、曇り度が低くて非常に平滑であることが好ましい。

10

20

30

40

50

【0008】

キャストリング法のもう一つの欠点は、キャストフィルムが著しい光学的複屈折を有することである。溶融押出法によって作製されたフィルムと比べた時、キャストリング法によって作製されたフィルムは、より低い複屈折を有するけれども、複屈折は依然として好ましくないほど高いままである。例えば、キャストリング法によって作製された三酢酸セルロースフィルムは、イワタ (Iwata) による米国特許第5,695,694号で開示されたように可視スペクトルの光について7ナノメートル (nm) の面内遅延を示す。キャストリング法によって作製されたポリカーボネートフィルムは、両方ともタケタニ (Takekuni) による米国特許第5,478,518号および第5,561,180号において17nmの面内遅延を有すると開示されている。ハリタ (Harita) による米国特許出願2001/0039319A1号では、フィルム内の幅方向位置間の遅延の差が元の未延伸フィルムで5nm未満である時に延伸ポリビニルアルコールシートの色ムラが減ることが主張されている。光学フィルムの多くの用途に関して、低い面内遅延値は好ましい。特に、10nm未満の面内遅延値が好ましい。

10

【0009】

キャストフィルムの複屈折は、製造運転中のポリマーの配向から生じる。この分子配向は、フィルムの面内の屈折率をはっきりと異なるようにする。面内複屈折は、フィルムの面内の垂直方向のこれらの屈折率間の差である。複屈折にフィルム厚さを乗じた絶対値を面内遅延と定義する。従って、面内遅延はフィルムの面内の分子異方性の指標である。

20

【0010】

キャストリングプロセス中、分子配向は、ダイ中の濃厚液の剪断、被着中の金属支持体による濃厚液の剪断、剥離工程中の部分乾燥フィルムの剪断および最終乾燥工程を通じた搬送中の自立フィルムの剪断を含む多くの発生源から生じうる。これらの剪断力はポリマー分子を配向させ、最終的に好ましくないほど高い複屈折値または遅延値のもととなる。剪断を最小にするとともに最低複屈折フィルムを得るために、キャストリングプロセスは、典型的には、イワタ (Iwata) による米国特許第5,695,694号で開示されたよう1~15m/分の非常に遅いライン速度で運転される。より遅いライン速度は、一般に、最高品質のフィルムをもたらす。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

低複屈折のポリカーボネートフィルムは製造するのは格段に難しい。これは、ポリカーボネートが硬いポリマーであり、キャストリングプロセスにおいて剪断力に供される時に容易に整列し配向するという事実による。ポリカーボネートフィルムが回分式キャストリング法を用いて低い面内遅延で作製されてきた一方で、連続キャストポリカーボネートフィルムは好ましくないほど高い遅延を有する。例えば、回分式キャストポリカーボネートフィルムは4~8nmの面内遅延値で記載されてきたけれども、連続キャストフィルムは両方ともタケタニ (Takekuni) による米国特許第5,478,518号および第5,561,180号で開示されたように相当により高い17nmである。回分式キャストリングは、主として物理的分析のために短時間実験サンプルを作製する実験室法であり、大規模なポリカーボネートフィルム製造のために適さない。

30

40

【0012】

キャストリング法に対するもう一つの欠点は、多層を正確に被着させることができないことである。ヘイワード (Hayward) による米国特許第5,256,357号に記載されているように、従来が多スロットキャストリングダイは、許容できないほど不均一なフィルムを生じさせる。特に、ラインおよびストリークの不均一性は先行技術の装置での5%より大きい。許容できる二層フィルムは、ヘイワード (Hayward) による米国特許第5,256,357号で教示されたように特殊なダイリップ設計を用いることにより作製することが可能であるが、ダイ設計は複雑であり、三層以上の層を同時に被着させるために実際的ではない場合がある。

【0013】

50

キャストリング法に対するもう一つの欠点は濃厚液の粘度に関する制約である。キャストリングの実施において、濃厚液の粘度は、ほぼ50,000cpである。例えば、ヘイワード(Hayward)による米国特許第5,256,357号には、粘度100,000cpの濃厚液を用いる実用的キャストリング例が記載されている。一般に、より低い粘度の濃厚液を用いて作製されたキャストフィルムは、イワタ(Iwata)による米国特許第5,695,694号で実施例に関して記載されたように不均一フィルムを生じさせることが知られている。イワタ(Iwata)による米国特許第5,695,694号において、キャストリングサンプルを作製するために用いられた最低粘度の濃厚液は約10,000cpである。しかし、これらの高い粘度値で、濃厚液をキャストリングするのは濾過し脱気するのが難しい。繊維およびより大きい屑は除去できる一方で、ポリマースラッグなどのより軟らかい材料は濃厚液送出系で見られる高圧で濾過するのがより難しい。微粒子および気泡の欠点は著しい混入の欠点およびストリークを生じさせ、実質的な廃棄物を作り出しうる。

10

【0014】

さらに、キャストリング法は、製品変更に対して比較的融通がきかない可能性がある。キャストリングが高粘度濃厚液を必要とするので、製品配合を変更するには送出系を洗浄して汚染の可能性を排除するために大がかりなダウンタイムを必要とする。不適合のポリマーと溶媒を含む配合変更は特に問題である。実際、配合変更はキャストリング法によっては非常に時間がかかり高価であり、殆どの製造機械はフィルム一種のみを製造するために専ら専用となる。

20

【0015】

最後に、キャストフィルムは、好ましくないヒダまたは皺を示しうる。より薄いフィルムは、キャストリングプロセス中の剥離工程と乾燥工程中または後続のフィルム取扱い中のいずれかで特に寸法の欠点を受けやすい。特に樹脂フィルムから複合光学板を作製するには、接着剤、圧力および高温の利用を含む貼合せプロセスを必要とする。極薄フィルムは、この貼合せプロセス中に皺を形成せずに取扱うのは難しい。さらに、多くのキャストフィルムは、水分の作用により経時的に自然に変形されうる。光学フィルムの場合、貯蔵中および後続の複合光学板の組立中に良好な寸法安定性が必要である。

【0016】

本発明は、上記課題等を鑑みてなされたものであり、その目的は、先行技術のキャストリング法の限界を克服し、面内複屈折が非常に低い非晶質ポリカーボネートフィルムを作製する新規キャストリング法を提供することである

30

【0017】

本発明の別の目的は、広範囲の乾燥厚さにわたって非常に均一なポリカーボネートフィルムを製造する新規方法を提供することである。

【0018】**【課題を解決するための手段】**

上記課題等を解決するために本発明は、(a)不連続移動キャリア基板の上に液体ポリカーボネート/溶媒混合物を被着させる工程と、(b)溶媒を除去して前記液体ポリカーボネート/溶媒混合物を乾燥させ、前記不連続キャリア基板に接着したポリカーボネートフィルムの複合材を生じさせる工程とを含むポリカーボネートフィルムを生じさせるコーティング法であって、前記ポリカーボネートフィルムが前記不連続キャリア基板に釈放可能に接着され、よって前記ポリカーボネートフィルムを前記不連続キャリア基板から剥離することを特徴とする。

40

【0019】

上記課題等を解決するために本発明のポリカーボネートフィルムは約20nm未満である面内遅延を有する被覆されたポリカーボネート層を含むことを特徴とする。前記被覆されたポリカーボネート層は少なくとも約85%の光透過率および約1.0未満の曇り度値を有するポリカーボネートフィルムであってもよい。

【0020】

50

本発明によれば、先行技術のキャスト法を克服し、掻き傷および摩耗の欠点を最小にするための二次加工助剤として共溶媒、潤滑剤または保護貼合せ体を必要とせずに樹脂フィルムを作製する新規コーティング法を定めることができる。

【0021】

【発明の実施の形態】

本発明の前述した特徴、目的および利点ならびに多くの他の特徴、目的および利点は、本願に記載した詳細な説明、請求の範囲および図面によって容易に明らかになるであろう。これらの特徴、目的および利点は、コーティング法によってポリカーボネート樹脂を含有する低粘度流体を移動キャリア基板上に被着させることにより達成される。ポリカーボネートフィルムは、被覆されたフィルムが実質的に乾く（残留溶媒10重量%未満）までキャリア基板から分離されない。実際、ポリカーボネートフィルムとキャリア基板の複合構造体はロールに巻き取り、必要になるまで貯蔵してよい。従って、キャリア基板はポリカーボネートフィルムを支え、乾燥プロセスを通して搬送中に剪断力に抗して保護する。さらに、ポリカーボネートフィルムがキャリア基板から最後に剥離される時にポリカーボネートフィルムが乾いており固体であるので、剥離プロセスに起因するフィルム内のポリマーの剪断も配向もない。結果として、本発明により作製されたポリカーボネート樹脂フィルムは非常に非晶質であり、非常に低い面内複屈折を示す。

10

【0022】

約1~500 μ mの厚さを有するポリカーボネートフィルムは、本発明の方法により作製することが可能である。40マイクロメートル未満の極薄ポリカーボネートフィルムは、先行技術の方法で可能でない線速度で容易に製造することが可能である。極薄フィルムの製造は、乾燥プロセスを通して湿りフィルムを支持するキャリア基板によって容易になり、先行技術に記載されたキャスト法で必要とされるような最終乾燥工程前に金属帯または金属ドラムからフィルムを剥離する必要性を除く。むしろ、ポリカーボネートフィルムは、完全にではないにしても実質的に、キャリア基板からの分離前に乾燥される。すべての場合、乾燥させたポリカーボネートフィルムは、10重量%未満の残留溶媒含有率を有する。本発明の好ましい実施形態において、残留溶媒含有率は5%未満、最も好ましくは1%未満である。従って、本発明は、先行技術の方法で可能ではない損傷を受けやすい極薄フィルムの作製を見込んでいる。さらに、40 μ mより厚いフィルムも本発明の方法によって作製してよい。より厚いフィルムを作製するために、光学的品質を損なわずにタンデム運転またはオフラインプロセスのいずれかでフィルム-基板複合材上に別の塗料を被着させてよい。こうしたやり方で、本発明の方法は、後続の湿りフィルムの被着前に最初に被着されたフィルムが乾いているので、より厚いフィルムの作製中の溶媒除去の限界を克服する。従って、本発明は、キャスト法で可能であるよりも広い範囲の最終フィルム厚さを見込んでいる。

20

30

【0023】

本発明の方法において、ポリカーボネートフィルムは、単層複合材、または好ましくは低粘度の底層、一層以上の中間層、および界面活性剤を含有する任意の最上層を含む多層複合材を被覆ホッパーのスライド面上に形成し、多層複合材を被覆ホッパーのスライド面下に、そして被覆リップ上に流し落とし、移動基板に多層複合材を被着させることにより作製される。特に、本発明の方法の使用は、独特の組成を有する幾層かの液体層の被着を見込むために示している。フィルム性能を改善するか、または製造時の強さを改善するために、被覆助剤および添加剤を特定の層に入れてよい。例えば、多層被着は、湿りフィルム全体を通してはでなく必要に応じて最上塗布層に界面活性剤を入れることを可能にする。もう一つの例では、最低層中のポリカーボネートの濃度は、低粘度を達成するとともにキャリア基板上への多層複合材の高速被着を容易にするために調節してよい。従って、本発明は、特定の光学的エレメントまたは他の類似エレメントのために必要とされるような多層複合フィルムの製造のために有利な方法を提供する。

40

【0024】

皺およびヒダの欠点は、キャリア基板の使用を通して本発明の方法で最小にされる。キャ

50

リア基板は、ポリカーボネートフィルムのために硬い裏地を提供することにより、ポリカーボネート樹脂フィルムの寸法の狂いを最小にする。これは、約40マイクロメートル未満の極薄フィルムを取扱い加工するために特に有利である。さらに、キャスト法によって生じることが知られている掻き傷および摩耗の欠点は、すべての乾燥運転中にポリカーボネートフィルムと潜在的に摩耗性の搬送ロールとの間にキャリア基板が存在するので本発明の方法で避けられる。従って、本発明の方法は、摩耗の欠点を最小にするためにキャスト法で必要とされるような二次加工助剤としての共溶媒、潤滑剤または保護貼合わせ体の使用を必要としない。さらに、キャリア基板の拘束的性質も水分レベルの変化の結果としての経時的に変形するか、または皺になるポリカーボネートフィルムの傾向を除く。従って、本発明の方法は、作製中および貯蔵中ならびに光学的エレメントの製造のために必要な最終取扱い工程中にポリカーボネートフィルムが寸法的に安定であること
10 確実にする。

【0025】

本発明の方法の実施において、基板がポリエチレンテレフタレート（PET）などの不連続シートであることが好ましい。PETキャリア基板は、ポリカーボネートフィルムとPET基板との間の接着性を改良するために下塗層または放電装置で前処理してよい。特に下塗層処理または放電装置処理はフィルムと基板との間の接着性を強化しうるが、それでもなおフィルムを基板から後で引き剥がすことを可能にする。

【0026】

本発明を特にスライドビード被覆運転に関して本願で論じているが、当業者は、本発明を他の被覆運転と合わせて有利に実施できることを理解するであろう。例えば、面内遅延が小さい自立フィルムは、単層または多層スロットダイ被覆運転および単層または多層カーテン被覆運転で達成可能であろう。さらに、当業者は、本発明を別のキャリア基板で有利に実施できることを認めるであろう。例えば、面内複屈折が小さい剥離用フィルムは、他の樹脂支持体〔例えば、ポリエチレンナフタレート（PEN）、酢酸セルロース、PET〕、紙支持体、樹脂貼合せ紙支持体および基板支持体（例えば、アルミニウム）で達成可能であろう。
20

【0027】

本発明の実際的用途には、特に光学フィルム、貼合せフィルム、剥離フィルム、写真フィルムおよび包装フィルムのために用いられるポリカーボネートシートの作製が挙げられる。特に、本発明の方法により作製されたポリカーボネートシートは、液晶表示装置などの電子表示装置の製造に際して光学フィルムとして用いてよい。例えば、液晶表示装置は、偏光子板、補償板および電極基板を含む多くのフィルムエレメントを含む。偏光子板は、典型的には、二色フィルム（通常は沃素で処理された延伸ポリビニルアルコール）を有する多層複合材構造であり、各表面が保護カバーに接着されている。本発明の方法により作製されたポリカーボネートフィルムは、偏光子板用の保護カバーとして適する。本発明の方法により作製されたポリカーボネートフィルムは、補償板および電極基板の製造のためにも適する。
30

【0028】

本発明の方法により製造されるポリカーボネートフィルムは光学フィルムである。製造されたままで、本発明の方法により作製されたポリカーボネートフィルムは、少なくとも約85%、好ましくは少なくとも約90%、最も好ましくは少なくとも約95%の光透過率を有する。さらに、製造されたままで、ポリカーボネートフィルムは1.0%未満の曇り度値を有する。さらに、ポリカーボネートフィルムは平滑であり、平均で100nm未満の表面粗さ、最も好ましくは50nm未満の表面粗さを有する。
40

【0029】

図1を参照すると、本発明の方法を実施するために適する代表的で周知された被覆・乾燥システム10の概略図を示している。被覆・乾燥システム10は、典型的には、移動基板12に極薄フィルムを被着させるとともに後でドライヤ14内で溶媒を除去するために用いられる。システム10が唯一の塗料被着点と唯一のドライヤ14を有するような単一被
50

覆装置 16 を示しているが、二個または三個（6 個ほどに多くさえある）の追加塗料被着点と対応する乾燥区画は複合薄フィルムの製造において知られている。逐次の被着と乾燥のプロセスはタンデム被覆運転として技術上知られている。

【0030】

被覆・乾燥装置 10 は、塗料を被覆装置 16 によって被着させるバックアップロール 20 の周りに移動基板 12 をフィードする巻出しステーション 18 を備える。その後、被覆されたウェブ 22 はドライヤ 14 を通して進む。本発明の方法の実施において、基板上にポリカーボネート樹脂フィルムを含む最終乾燥フィルム 24 は巻上げステーション 26 でロールに巻き取られる。

【0031】

図示したように、代表的な 4 層被膜が移動ウェブ 12 に被着される。層ごとの塗料液は、それぞれの塗料供給容器 28、30、32、34 に入れられる。塗料液は、それぞれ被覆装置 16 の導管 44、46、48、50 に塗料供給容器からポンプ 36、38、40、42 によって送られる。さらに、被覆・乾燥システム 10 は、塗料の被着前に基板 12 を改質するためにコロナ放電装置またはグロー放電装置 52 などの放電装置、あるいは極性帯電支援装置 54 も備えてよい。

【0032】

図 2 を参照すると、別の巻取り運転を伴った図 1 に描かれたのと同じ代表的な被覆・乾燥システム 10 の概略図を示している。従って、この図面は巻取り運転に至るまで同じように番号をふっている。本発明の方法の実施において、ポリカーボネート塗料を被着された（樹脂フィルム、紙、樹脂被覆紙または金属であってよい）基板を含む乾燥フィルム 24 は、対向ロール 56、58 の間で引き離される（taken）。ポリカーボネートフィルム 60 は基板 12 から剥離され、ポリカーボネートフィルムは巻取りステーション 62 に進み、基板 12 は巻取りステーション 64 に進む。本発明の好ましい実施形態において、ポリエチレンテレフタレート（PET）が基板 12 として用いられる。基板 12 は、被覆されたフィルム 60 の基板 12 への接着性を強化するために下塗層で前処理してよい。

【0033】

移動基板 12 に塗料液を送るために用いられる被覆装置 16 は、例えば、ラッセル（Russell）による米国特許第 2,761,791 号で教示されたようなスライドビードホッパー、またはフーズ（Hughes）による米国特許第 3,508,947 号によって教示されたようなスライドカーテンホッパーなどの多層塗布装置であってよい。あるいは、被覆装置 16 は、スロットダイホッパーまたはジェットホッパーなどの単層塗布装置であってよい。本発明の好ましい実施形態において、塗布装置 16 は多層スライドビードホッパーである。

【0034】

上述したように、被覆・乾燥システム 10 は、典型的には被覆されたフィルムから溶媒を除去する乾燥炉であるドライヤ 14 を備える。本発明の方法の実施において用いられる代表的なドライヤ 14 は、温度と空気流量を独立して制御できる第 1 の乾燥区画 66 と後続する 8 個の別の乾燥区画 68 ~ 82 を備える。ドライヤ 14 を独立した 9 個の乾燥区画を有するとして示しているけれども、より少ない区画を有する乾燥炉は周知されており、本発明の方法を実施するために用いてよい。本発明の好ましい実施形態において、ドライヤ 14 は、独立した少なくとも 2 個の乾燥域または乾燥区画を有する。

【0035】

好ましくは、乾燥区画 68 ~ 82 の各々は、温度と空気流量の制御装置を独立して有する。各区画において、温度を 5 ~ 150 の間で調節してよい。湿りポリカーボネートフィルムの熱処理または肌焼入れからの乾燥欠陥を最少にするために、最適乾燥速度がドライヤ 14 の初期区画内で必要である。初期乾燥域内の温度が不適切である時、多くの欠陥が生じる。域 66、68 および 70 内の温度を 25 に設定する時、例えば、ポリカーボネートフィルムの曇りまたは白化が観察される。この白化欠陥は、高蒸気圧の溶媒（塩化メチレンおよびアセトン）を塗料流体中で用いる時に特に問題である。非常に高い温度も

10

20

30

40

50

ポリカーボネートフィルムの表面硬化、網状化模様および微小空隙などの他の欠点に関連している。本発明の好ましい実施形態において、第1の乾燥区画66は、被覆されたウェブ22の湿り被膜上での直接的な空気衝突を伴わずに、少なくとも約25℃であるが95℃未満の温度で運転される。本発明の方法のもう一つの好ましい実施形態において、乾燥区画68および70も少なくとも約25℃であるが95℃未満の温度で運転される。初期乾燥区画66、68を約30℃～約60℃の間の温度で運転することが好ましい。初期乾燥区画66、68を約30℃～約50℃の間の温度で運転することが最も好ましい。乾燥区画66、68の実際の乾燥温度は、当業者がこれらの範囲内で実験的に最適化してよい。

【0036】

今図3を参照すると、代表的な被覆装置16の概略図を詳しく示している。側面断面図で概略的に示した被覆装置16は、フロント区画92、第2の区画94、第3の区画96、第4の区画98およびバックプレート100を備える。ポンプ106によって第1の計量スロット104に塗料液を供給し、よって最下層108を形成させるための第2の区画94への入口102がある。層116を形成させるためにポンプ114によって第2の計量スロット112に塗料液を供給するための第3の区画96への入口110がある。層124を形成させるためにポンプ122によって計量スロット120に塗料液を供給するための第4の区画98への入口118がある。層132を形成させるためにポンプ130によって計量スロット128に塗料液を供給するためのバックプレート100への入口126がある。各スロット104、112、120、128は横断分配空洞を備える。フロント区画92は第2の傾斜スライド面134および被覆リップ136を備える。第2の区画94の頂上に第2の傾斜スライド面138がある。第3の区画96の頂上に第3の傾斜スライド面140がある。第4の区画98の頂上に第4の傾斜スライド面142がある。バックプレート100は、傾斜スライド面142の上に伸びてバックランド面144を形成させる。ウェブ12を周りで搬送する被覆バックアップロール20が被覆装置または被覆ホッパー16に隣接して存在する。被膜層108、116、124、132は、リップ136と基板12との間で被覆ビード146を構成する多層複合材を形成する。典型的には、被覆ホッパー16は、被覆バックアップロール20に向けて、そして被覆位置に向けて非被覆位置から移動可能である。被覆装置16を4個の計量スロットを有するとして示しているけれども、(9個程度に多い)多数の計量スロットを有する被覆ダイは周知されており、本発明の方法を実施するために用いてよい。

【0037】

本発明の方法において、塗料流体は有機溶媒に溶解したポリカーボネート樹脂を主として含む。ポリカーボネート型のポリマーは様々な分子量および基本分子構造周りの多数の変形で入手できる。ポリマー主鎖中のカーボネート連結と通常は安定化性フェニル基(Ph)の存在は、すべてのポリカーボネートに共通である。商業的に意義深いポリカーボネートに関して、二価フェノールである2,2-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-プロパン(ビスフェノールA)とホスゲンなどのカーボネート前駆体との縮合生成物は、-O-Ph-C(CH₃)₂-Ph-O-CO-の反復単位を有するポリマーを構成する。ビスフェノールA型のポリカーボネートは容易に入手できるとともに比較的安価である。ポリマー合成中に種々の二価フェノール誘導体の付加によって形成されうる多数のポリカーボネートコポリマーは、より入手が容易でなく、より高価である。こうした誘導体の例は、特に、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン(ビスフェノールZ)、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、2,2-ビス-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン(ビスフェノールC)、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン(ビスフェノールP)、ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-ジフェニルメタンである。これらのコポリマーポリカーボネートは、良好な光学的特性を維持しつつ熱安定性および耐衝撃性などの材料特性を変えるために配合してよい。本発明の方法において、フィルムを形成させるために用いられるポリカーボネートの種類またはポリカーボネートコポリマーのブレンドに関

10

20

30

40

50

して特定の制限はない。ポリカーボネート樹脂は、ゼネラル・エレクトリック社 (General Electric) およびバイエル社 (Bayer) から市販されている。

【0038】

ポリカーボネート用の有機溶媒に関して、適する溶媒には、例えば、塩素化溶媒 (塩化メチレンおよび1,2-ジクロロエタン)、アルコール (メタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、ジアセトンアルコール、フェノールおよびシクロヘキサノール)、ケトン (アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンおよびシクロヘキサノン)、エステル (酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸n-プロピル、酢酸イソプロピル、酢酸イソブチルおよび酢酸n-ブチル)、芳香族化合物 (トルエンおよびキシレン) およびエーテル (テトラヒドロフラン、1,3-ジオキサラン、1,2-ジオキサラン、1,3-ジオキサラン、1,4-ジオキサランおよび1,5-ジオキサラン) が挙げられる。ポリカーボネート溶液は上述した溶媒のブレンドで調製してよい。好ましい一次溶媒には、塩化メチレンおよび1,3-ジオキサランが挙げられる。好ましい共溶媒には、トルエン、テトラヒドロフラン、シクロヘキサノン、メタノール、エタノールおよびイソプロパノールが挙げられる。

【0039】

塗料流体は少量の可塑剤も含有してよい。ポリカーボネートフィルム用の適切な可塑剤には、フタル酸エステル (ジエチルフタレート、ジブチルフタレート、ジシクロヘキシルフタレート、ジオクチルフタレート、ジデシルフタレートおよびブチルオクチルフタレート)、アジピン酸エステル (ジオクチルアジペート)、カーボネート (ジセチルカーボネートおよびジステアリルカーボネート) および燐酸エステル (トリクレジルホスフェートおよびトリフェニルホスフェート) が挙げられる。可塑剤は、通常、溶融押出法によって加工されたポリカーボネートの流動性を改善するために用いられる。しかし、可塑剤は、被覆ホッパーでの早期フィルム固化を最少にするとともに湿りフィルムの乾燥特性を改善するために二次加工運転で被覆助剤としてここで用いてよい。本発明の方法において、可塑剤は、乾燥運転中のポリカーボネートフィルムの膨れ、カールおよび離層を最小にするために用いてよい。本発明の好ましい実施形態において、可塑剤は、最終ポリカーボネートフィルム中の欠陥を緩和するためにポリマーの濃度に対して5重量%以下の全濃度で塗料流体に添加してよい。

【0040】

塗料流体は、被覆後の流れに関連した欠点を制御するために被覆助剤として界面活性剤も含有してよい。被覆後に流れ現象によって生じる欠点には、まだら、撥水性 (repellencies)、ミカン肌 (Bernardセル) および端後退 (edge-withdraw) が挙げられる。被覆後に流れ欠点を制御するために用いられる界面活性剤には、シロキサンおよびフルオロケミカル化合物が挙げられる。シロキサン種の市販界面活性剤の例には、1.) ダウ・コーニング社 (Dow Corning) 製のDC2000 Fluidなどのポリジメチルシロキサン、2.) ダウ・コーニング社 (Dow Corning) 製のDC510 Fluidなどのポリ (ジメチル、メチルフェニル) シロキサン、3.) ダウ・コーニング社 (Dow Corning) 製のDC190およびDC1248ならびにユニオン・カーバイド社 (Union Carbide) 製のL7000 Silwetシリーズ (L7000、L7001、L7004およびL7230) などのポリアルキル置換ポリジメチルシロキサン、ならびに4.) ゼネラル・エレクトリック社 (General Electric) 製のSF1023などのポリアルキル置換ポリ (ジメチル、メチルフェニル) シロキサンが挙げられる。市販のフルオロケミカル界面活性剤の例には、1.) スリーエム社 (3M Corporation) 製のFluoradシリーズ (FC430およびFC431) などの弗素化アルキルエステル、2.) デュポン社 (DuPont) 製のZonylシリーズ (FSN、FSN100、FSO、FSO100) などの弗素化ポリオキシエチレンエーテル、3.) NOFコーポレーション社 (NOF Corporation) 製のFシリーズ (F270およびF600) などのアクリレート：ポリパーフルオロアルキルエチルアクリレート、および4.) 旭硝子社 (Asa

10

20

30

40

50

hi Glass Company)製のSurflonシリーズ(S383、S393およびS8405)などのパーフルオロアルキル誘導体が挙げられる。本発明の方法において、界面活性剤は、一般に非イオン型の界面活性剤である。本発明の好ましい実施形態において、シロキサン型または弗素化型のいずれかの非イオン化合物が最上層に添加される。

【0041】

界面活性剤の分配に関して、界面活性剤は、多層被膜の最上層中に存在する時に最も効果的である。最上層において、界面活性剤の濃度は、好ましくは0.001~1.000重量%、最も好ましくは0.010~0.500重量%である。さらに、最上層からの界面活性剤の拡散流出を最小にするために、より少ない量の界面活性剤を第2の最上層中で用いてよい。第2の最上層中の界面活性剤の濃度は、好ましくは0.000~0.200重量%、最も好ましくは0.000~0.100重量%の間である。界面活性剤が最上層で必要であるのみなので、最終乾燥フィルム中に残る界面活性剤の総量は少ない。

10

【0042】

界面活性剤は本発明の方法を実施するために必須ではないけれども、界面活性剤は、被覆されたフィルムの均一性を確実に改善する。特に、まだら不均一性は、界面活性剤の使用によって減少する。透明ポリカーボネートフィルムにおいて、まだら不均一性は、日常検査中に容易には目に見えない。まだら欠点を可視化するために、有機染料を最上層に添加して、被覆されたフィルムに色を加えてよい。これらの染料入りフィルムにおいて、不均一性は、見たり定量化したりするのが容易である。このようにして、効果的な界面活性剤の種類およびレベルを最適なフィルム均一性のために選択してよい。

20

【0043】

次に図4~7を参照すると、本発明の方法によって作製された種々のフィルム構成を示す断面図を示している。図4において、単層ポリカーボネートフィルム150は、キャリア基板152から部分的に剥離されて示されている。ポリカーボネートフィルム150は、キャリア基板150に単一液層を被着させるか、または層の間で実質的に同じである組成を有する多層複合材を被着させるのいずれかにより形成してよい。あるいは、図5において、キャリア基板154は、単層ポリカーボネートフィルム158と基板154との間の接着力を改良する下塗層156で前処理されていてよい。キャリア支持体170に最寄りの最下層162、二層の中間層164、166および最上層168を含む組成的にばらばらの4層を含む多層フィルム160を図6で例示している。多層複合材160全体をキャリア支持体170から剥離してよいことも図6で示している。キャリア基板182から剥離されているキャリア基板182に最寄りの最下層174、二層の中間層176、178および最上層180を含む多層複合フィルム172を図7で示している。キャリア基板182は、複合フィルム172と基板182との間の接着性を改良するために下塗層184で前処理されている。下塗層156および184は、ポリビニルブチラール、セルロース樹脂、ポリアクリレート、ゼラチンおよびポリ(アクリロニトリル-co-塩化ビニリデン-co-アクリル酸)などの多くの高分子材料を含んでよい。下塗層中で用いられる材料の選択は、当業者が実験的に最適化してよい。

30

【0044】

本発明の方法は、ポリカーボネートフィルムとキャリア基板の前もって作製された複合材上に被覆する工程も含んでよい。例えば、図1および2で示した被覆・乾燥システム10は、既存のポリカーボネートフィルム/基板複合材に第2の多層フィルムを被着させるために用いてよい。後続の塗料の被着の前にフィルム/基板複合材をロールに巻き取る場合、そのプロセスはマルチパス被覆運転と呼ばれる。被覆運転および乾燥運転を多被覆ステーションおよび乾燥炉を有する機械で逐次に行う場合、そのプロセスはタンデム被覆運転と呼ばれる。このようにして、非常に厚い湿りフィルムから大量の溶媒を除去することに付随する問題を伴わずに厚いフィルムを高ライン速度で作製することが可能である。さらに、マルチパス被覆またはタンデム被覆の実施技術は、ストリークのひどさ、まだらのひどさおよび総合的なフィルム不均一性などの他の欠点を最少にする利点も有する。

40

50

【0045】

タンデム被覆またはマルチパス被覆の実施技術は、第一パスフィルムとキャリア基板との間の何らかの最小レベル粘着力を必要とする。場合によって、粘着力が劣ったフィルム/基板複合材は、マルチパス運転で第2の湿り被膜または第3の湿り被膜の被着後に膨れを生じることが観察される。膨れ欠陥を避けるために、粘着力は、第一パスポリカーボネートフィルムとキャリア基板との間で0.3 N/mより大きくなければならない。この粘着力レベルは、種々の下塗層および種々の放電処理を含む様々なウェブ処理によって達成してよい。しかし、フィルムが後続の剥離運転中に損傷されうるので、被着されたフィルムと基板との間の過大な粘着力は好ましくない。特に、250 N/mより大きい接着力を有するフィルム/基板複合材は不完全に剥離することが見出された。こうした過度に十分に接着した複合材から剥離されたフィルムは、フィルムの引裂きおよび/またはフィルム内の凝集破壊のゆえに欠陥を示す。本発明の好ましい実施形態において、ポリカーボネートフィルムとキャリア基板との間の粘着力は0.5~25 N/mの間である。

10

【0046】

本発明の方法は、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリスチレンおよび他の高分子フィルムなどの様々な基板にポリカーボネート樹脂塗料を被着させるために適する。高分子基板は、ポリカーボネート塗料の被着の前に延伸されてなくても、一軸延伸されていても、または二軸延伸されていてもよい。別の基板には、紙、紙と高分子フィルムの貼合せ体、ガラス、布地、アルミニウムおよび他の金属支持体を挙げることが可能である。場合によって、基板は下塗層または放電装置で前処理してよい。基板は種々の結合剤および付加物を含有する機能層でも前処理してよい。

20

【0047】

樹脂フィルムをキャストする先行技術の方法を図8に例示している。図8で示したように、種々の高分子濃厚液は、ポンプ206によって加圧槽204から押出ホッパー202にフィードライン200を通して送られる。濃厚液は、乾燥炉212の第1の乾燥区画210内に位置する高度に研磨された金属ドラム208上にキャストされる。キャストフィルム214は放置して移動ドラム208上で部分的に乾燥させ、その後、ドラム208から剥離される。その後、キャストフィルム214は最終乾燥区画216に搬送して残留溶媒を除去する。その後、最終乾燥フィルム218は、巻上げステーション220でロールに巻き取られる。先行技術のキャストフィルムは、典型的には40~200 μmの範囲の厚さを有する。

30

【0048】

コーティング法は、技術ごとに必要なプロセス工程によってキャスト法とは区別される。これらのプロセス工程は、次に、各方法に特有である流体粘度、二次加工助剤、基板およびハードウェアなどの多くの有形物に影響を及ぼす。一般に、コーティング法は、薄い低粘度液を薄い可撓性基板に被着させ、乾燥炉内で溶媒を蒸発させ、乾燥させたフィルム/基板複合材をロールに巻き取ることを含む。それに反して、キャスト法は、濃縮粘性濃厚液を高度に研磨された金属ドラムまたは金属帯に被着させ、金属基板上で湿りフィルムを部分的に乾燥させ、部分的に乾燥させたフィルムを基板から剥ぎ取り、部分的に乾燥させたフィルムから乾燥炉内で余分の溶媒を除去し、乾燥させたフィルムをロールに巻き取ることを含む。粘度に関して、コーティング法は、5,000 cp未満の非常に低粘度の液体を必要とする。本発明の方法の実施において、被覆された液体の粘度は、一般には2000 cp未満、最も多くの場合1500 cp未満である。さらに、本発明の方法において、最下層の粘度は高速塗料被着のために200 cp未満であることが好ましく、最も好ましくは100 cp未満である。それに反して、キャスト法は、実用的運転速度のために、およそ10,000~100,000 cpの粘度を有する高濃度濃厚液を必要とする。二次加工助剤に関して、コーティング法は、一般に、まだら、撥水性、ミカン肌および端後退などの、被覆後に流れ欠点を制御するために二次加工助剤として界面活性剤の使用を含む。それに反して、キャスト法は界面活性剤を必要としない。その代わりに、二次加工助剤は、キャスト法において剥取り運転および搬送運転を

40

50

助けるために使用されるだけである。例えば、より低級のアルコールは、乾燥炉を通して搬送中に摩耗欠点を最少にするためにキャストポリカーボネートフィルム中で二次加工助剤として時によって用いられる。基板に関して、コーティング法は、一般に、薄い(10~250マイクロメートル)可撓性支持体を用いる。それに反して、キャスト法は、厚い(1~100mm)連続の高度に研磨された金属ドラムまたは金属硬質帯を用いる。プロセス工程のこれらの相違の結果として、コーティングにおいて用いられるハードウェアは、それぞれ図1および8で示した概略図の比較によって分かるようにキャスト法において用いられるハードウェアとは著しく異なっている。

【0049】

下で示した以下の実用的実施例によって本発明の利点を実証する。これらの実施例において、ポリカーボネート(PC)は、サイズ排除クロマトグラフィーを用いポリスチレン当量分布により決定して、54,000ダルトンの重量平均分子量を有するビスフェノールAホモポリマーであった。

【0050】

【実施例】

実施例1

この実施例は、極薄ポリカーボネートフィルムの単一パス形成を記載している。未処理ポリエチレンテレフタレート(PET)の移動基板12、170に4液層を被着させて図6で前述したような単層フィルムを形成させるために、図1に例示した被覆装置16を用いた。すべての塗料流体は、塩化メチレンに溶解したPCを含んでいた。最下層162は17cpの粘度および移動基板170上で14 μ mの湿り厚さを有していた。第2の層164および第3の層166は、それぞれ660cpの粘度および移動基板170上で27 μ mの組み合わせ最終湿り厚さを有していた。さらに、第3の層166は0.02%の濃度で弗素化界面活性剤(Surflon S8405)も含有していた。最上層168は107cpの粘度および移動基板170上で22 μ mの湿り厚さを有していた。最上層168は0.10重量%で弗素化界面活性剤(Surflon S8405)も含有していた。塗料を16の温度で被着させた。被覆リップ136と移動基板12との間の空隙(図3参照)は200 μ mであった。被覆ビード146を横切る差圧を水0~10cmの間で調節して均一被覆を確立した。乾燥区画66および68内の温度は40であった。乾燥区画70内の温度は50であった。乾燥区画72、74、76、78、80内の温度は120であった。乾燥区画82内の温度は25であった。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。未処理PET基板から剥離された時に、最終乾燥フィルムは10 μ mの厚さを有していた。剥離されたPCフィルムは、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0nm未満の面内遅延を有していた。このポリカーボネートフィルムの特性を表1にまとめている。

【0051】

実施例2

この実施例は、PCフィルムの単一パス形成を記載している。第2の層164と第3の層166の組み合わせ湿り厚さが73 μ mに増したことを除いて、条件は実施例1に記載した条件と同じであった。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。下塗したPET基板から剥離された時に、最終乾燥フィルムは20 μ mの厚さを有していた。剥離されたPCフィルムは良好な外観を有し、平滑であり、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0nm未満の面内遅延を有していた。このPCフィルムの特性を表1にまとめている。

【0052】

実施例3

この実施例は、PCフィルムの単一パス形成を記載している。第2の層164と第3の層166の組み合わせ湿り厚さが120 μ mに増したことを除いて、条件は実施例1に記載した条件と同じであった。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。下塗したPET基板から剥離された時に、最終乾燥フィルムは30 μ mの厚さを有していた

。PCフィルムは良好な外観を有し、平滑であり、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0 nm未満の面内遅延を有していた。このPCフィルムの特性を表1にまとめている。

【0053】

実施例4

この実施例は、PCフィルムの単一パス形成を記載している。第2の層164と第3の層166の組み合わせ湿り厚さが166 μm に増したことを除いて、条件は実施例1に記載した条件と同じであった。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。下塗したPET基板から剥離された時に、最終乾燥フィルムは40 μm の厚さを有していた。PCフィルムは良好な外観を有し、平滑であり、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0 nm未満の面内遅延を有していた。このPCフィルムの特性を表1にまとめている。

10

【0054】

実施例5

この実施例は、2パス被覆運転を用いる薄いPCフィルムの形成を記載している。実施例1のPCフィルムとPET基板の巻き取った複合材にその後別のパスで上塗りしたことを除いて、条件は実施例1に記載した条件と同じであった。実施例1に記載したように第2の層と第3の層の組み合わせ湿り厚さが27 μm の状態第2のパスを行った。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。未処理PET基板から剥離された時に、最終乾燥フィルムは20 μm の厚さを有していた。剥離されたPCフィルムは良好な外観を有し、平滑であり、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0 nm未満の面内遅延を有していた。このPCフィルムの特性を表1にまとめている。

20

【0055】

実施例6

この実施例は、3パス被覆運転を用いるPCフィルムの形成を記載している。実施例2のPCフィルムとPET基板の巻き取った複合材にその後別の2パスで上塗りしたことを除いて、条件は実施例2に記載した条件と同じであった。実施例2に記載したように第2の層と第3の層の組み合わせ湿り厚さが73 μm の状態別の各パスを行った。PCフィルムとPET基板の複合材をロールに巻き取った。最終乾燥フィルムは60 μm の厚さを有していた。剥離されたPCフィルムは平滑であり、掻き傷および皺の欠点を含まず、5.0 nm未満の面内遅延を有していた。このPCフィルムの特性を表1にまとめている。

30

【0056】

実施例7

この実施例は、最適剥離特性を有するPET/PC複合材の形成を記載している。この実施例において、PET支持体は下塗層を被覆側に被着されている。下塗層は、10 μm の乾燥厚さおよび500 mg/平方メートルのSurf10nS-8405界面活性剤含有率を有するポリビニルブチラール(12%までのビニルアルコール含有率)である。このポリビニルブチラール層は、下塗されたPET基板に接着されている。別の状況では、条件は実施例2に記載した条件と同じであった。PCフィルムと下塗したPET基板の最終複合材をロールに巻き取った。最終乾燥フィルムは20 μm の厚さを有していた。下塗したPET基板から剥離された時に、PCフィルムはキャリア支持体から非常に滑らかに分離することが見出された。下塗したPET基板へのPCフィルムの平均接着強度は1.8 N/mであり標準偏差が0.4 N/mであることが見出された。この滑らかな剥離プロセスは、実施例2で前述した未処理PET基板のより滑らかでない剥離特性とは著しく対照的であった。実施例2の未処理PET基板に関して、下塗したPET基板へのPCフィルムの平均接着強度は3.0 N/mであり標準偏差が1.4 N/mであることが見出された。滑らかな剥離のこの特徴は、粘着力測定によって見られたより小さい標準偏差値に反映されている。類似の結果は、より厚い40マイクロメートルPCフィルムで観察された。実施例4の条件下で作製した40マイクロメートルPCフィルムに関して、未処理PETおよび実施例7で記載したポリビニルブチラール下塗PETを用いて作製したサンプルは、それぞれ2.5 N/mと0.1 N/mの接着強度の標準偏差を有していた。ポリビニルブチラール下塗層で処理したPET基板は、接着強度の非常に小さい標準偏差値を有する

40

50

非常に滑らかな剥離特性を示した。

【0057】

比較例 1

この実施例は、剥離特性が劣ったPET/PC複合材の形成を記載している。この実施例において、PET支持体は、100mg/平方メートルの乾燥塗布量を有するポリ(アクリロニトリル-co-塩化ビニリデン-co-アクリル酸)の下塗層を有する。別の状況では、比較例1に関する条件は実施例1に記載した条件と同じであった。最終乾燥フィルムは20μmの厚さを有していた。乾燥させた時、下塗したPET基板からPCフィルムを剥離できなかった。この複合フィルムの場合、下塗したPET基板へのPCフィルムの接着強度は250N/mより大きかった。

10

【0058】

比較例 2

この実施例は、単一パス運転中の劣った乾燥条件の結果として生じた欠陥を記載している。最初の三つの乾燥域66、68、70内の温度を25に低下させるように乾燥条件を調節したことを除き、比較例2に関する条件は実施例2に記載した条件と同じであった。下塗したPET基板から剥離された時、最終乾燥フィルムは20μmの厚さを有していた。剥離したPCフィルムは、フィルムの曇りによって許容できない品質のフィルムであった。

【0059】

比較例 3

この実施例は、単一パス運転中の劣った乾燥条件の結果として生じた欠陥を記載している。最初の三つの乾燥域66、68、70内の温度を95に上げるように乾燥条件を調節したことを除き、比較例3に関する条件は実施例2に記載した条件と同じであった。下塗したPET基板から剥離された時、最終乾燥フィルムは20μmの厚さを有していた。剥離したPCフィルムは、フィルムの網状化模様および膨れの欠点によって許容できない品質のフィルムであった。

20

【表1】

実施例	厚さ	遅延	透過率	曇り度	粗さ
1	10 μm	2.0 nm	92.1	1.0%	1.3 nm
2	20	3.8	92.0	1.0	1.0
3	30	2.5	92.3	0.8	0.9
4	40	2.8	92.3	0.7	0.7
5	20	3.8	92.0	0.6	1.1
6	60	4.5	92.1	0.8	0.7

30

【0060】

表1に示したフィルム特性を決定するために以下の試験を用いた。

【0061】

厚さ

オノ・ソッキ・カンパニー社(Ono Sokki Company)製のModel EG-225ゲージを用いて最終剥離フィルムの厚さを測定した。

【0062】

遅延

Woolam M-2000V Spectroscopic Ellipsometerを用いて370~1000nmの波長で剥離フィルムの面内遅延(R_{θ})をナノメー

40

50

トル (nm) で決定した。面内遅延は式 $R_e = |n_x - n_y| \times d$ によって定義される。

【0063】

式中、 R_e は 590 nm での面内遅延である。 n_x はスロー軸方向の剥離フィルムの屈折率である。 n_y はファースト軸方向の剥離フィルムの屈折率である。 d はナノメートル (nm) での剥離フィルムの厚さである。従って、 R_e は剥離フィルムの平面内のスロー軸方向とファースト軸方向との間の複屈折の差の絶対値にフィルムの厚さを乗じたものである。

【0064】

透過率および曇り度

BYK - ガードナー社 (BYK - Gardner) 製の Haze - Gard Plus (Model HB - 4725) を用いて全透過率および曇り度を測定した。全透過率は、積分球上に吸収されたようなフィルムを通して透過したすべての光エネルギーである。透過曇り度は、積分球上に吸収されたような 2.5 度を超えて散乱するすべての光エネルギーである。

【0065】

表面粗さ

Tapping Mode (登録商標) Atomic Force Microscopy (デジタル・インストルメンツ社 (Digital Instruments) 製の Model D300) を用いて走査プローブ顕微鏡法によって表面粗さをナノメートル (nm) で決定した。

【0066】

粘着力

500 グラムのロードセル付き Instron 1122 引張試験機による修正 180 度剥離試験を用いて、被覆されたサンプルの接着強度をニュートン/メートル (N/m) で測定した。最初に、被覆されたサンプルの幅 0.0254 m (1 インチ) の帯を作製した。3M Magic Tape を用いて一端での被膜の離層を開始させた。その後、別のテープ片を被膜の離層部分にくっつけ、試験のための掴み点として使用した。伸長テープは、Instron グリッパが試験を妨害しないように支持体を超えて伸びるのに十分な長さであった。その後、サンプルを Instron 1122 引張試験機内に取り付け、基板を上部グリッパで締め付け、被膜/テープアセンブリーを底グリッパで締め付けた。2 インチ/分 (50.8 mm/分) の速度で 180 度の角度で基板から被膜を剥離するのに要した平均力 (単位ニュートン) を記録した。この力値を用いて、単位 N/m での接着強度を式 $S_A = F_p (1 - \cos \theta) / w$ を用いて計算した。

【0067】

式中、 S_A は接着強度であり、 F_p は剥離力であり、 θ は剥離の角度 (180 度) であり、 w はサンプルの幅 (0.0254 m) である。

【0068】

残留溶媒

最初にキャリア基板からフィルムを剥離し、剥離したフィルムを秤量し、フィルムを 150 の炉内で 16 時間にわたり保温し、最後に、保温されたフィルムを秤量することにより、乾燥フィルム中に残る残留溶媒の定性的評価を行う。残留溶媒は、重量差を保温後重量で除した百分率として表現される。

【0069】

前述したことから、本発明は、装置に対して固有である明らかな他の利点と合わせて前述した目標および目的のすべてを得るために適合した発明であることが分かるであろう。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の方法の実施において使用できる代表的な被覆・乾燥装置の概略図である。

【図 2】基板から分離されたポリカーボネートウェブを別個に巻き取るステーションを含む図 1 の代表的な被覆・乾燥装置を示す概略図である。

【図3】本発明の方法の実施において使用できる代表的な多スロット被覆装置を示す概略図である。

【図4】キャリア基板から部分的に剥離され本発明の方法により形成された単層ポリカーボネートフィルムを示す断面図である。

【図5】下塗層が上に形成されたキャリア基板から部分的に剥離され本発明の方法により形成された単層ポリカーボネートフィルムを示す断面図である。

【図6】キャリア基板から部分的に剥離され本発明の方法により形成された多層ポリカーボネートフィルムを示す断面図である。

【図7】下塗層が上に形成されたキャリア基板から部分的に剥離され本発明の方法により形成された多層ポリカーボネートフィルムを示す断面図である。

10

【図8】ポリカーボネートフィルムをキャストするために先行技術において使用されたようなキャスト装置を示す断面図である。

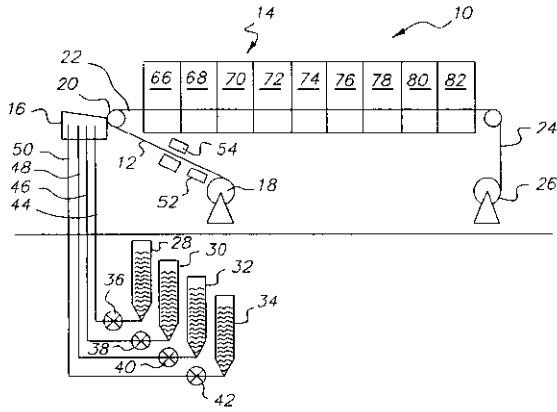
【符号の説明】

10 被覆・乾燥システム、12 移動基板/ウェブ、14 ドライヤ、16 被覆装置、18 巻出しステーション、20 バックアップロール、22 被覆されたウェブ、24 乾燥フィルム、26, 220 巻上げステーション、28, 30, 32, 34 塗料供給容器、36, 38, 40, 42, 106, 114, 122, 130, 206 ポンプ、44, 46, 48, 50 導管、52 放電装置、54 極性帯電支援装置、56, 58 対向ロール、60, 150, 158 ポリカーボネートフィルム、62, 64 巻取りステーション、66, 68, 70, 72, 74, 76, 78, 80, 82, 210 乾燥区画、92 フロント区画、94 第2の区画、96 第3の区画、98 第4の区画、100 バックプレート、102, 110, 118, 126 入口、104, 120, 128 計量スロット、108, 162, 174 最下層、112 第2の計量スロット、116, 132 層、124 形成層、134 傾斜スライド面、136 被覆リップ、138 第2の傾斜スライド面、140 第3の傾斜スライド面、142 第4の傾斜スライド面、144 バックランド面、146 被覆ビード、152, 154, 182 キャリア基板、156, 184 下塗層、160 多層フィルム、164, 166, 176, 178 中間層、168, 180 最上層、170 キャリア支持体、172 複合フィルム、200 フィードライン、202 押出ホッパー、204 加圧槽、208 金属ドラム、212 乾燥炉、214 キャストフィルム、216 最終乾燥区画、218 最終乾燥フィルム。

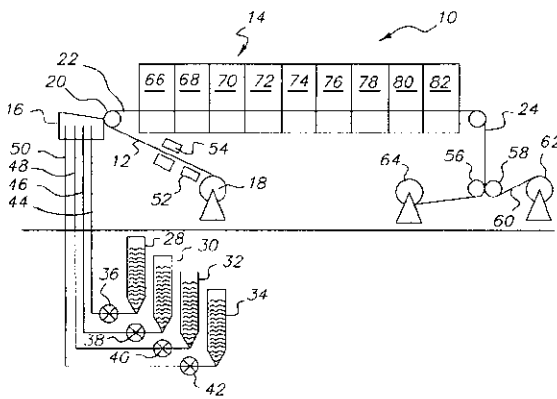
20

30

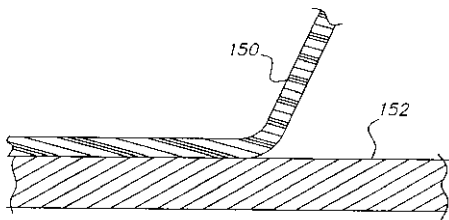
【 図 1 】



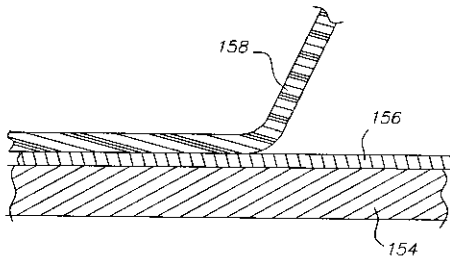
【 図 2 】



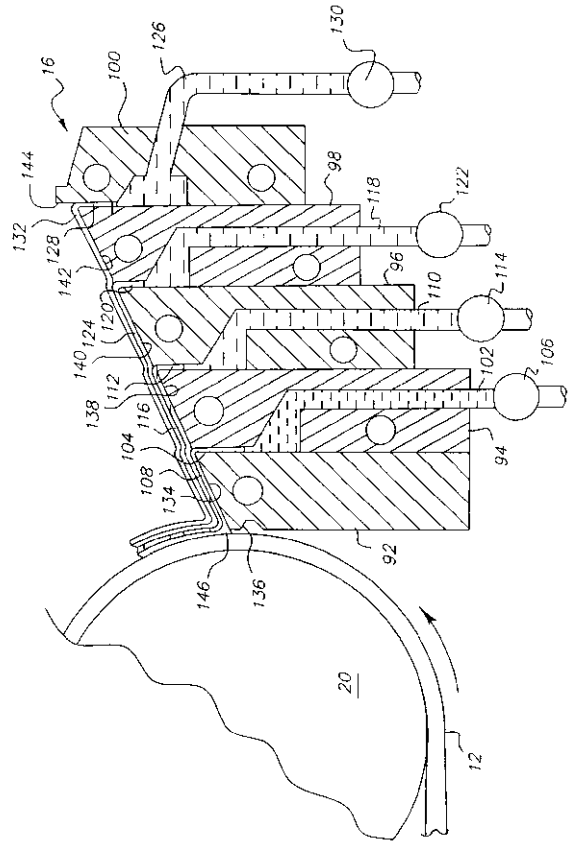
【 図 4 】



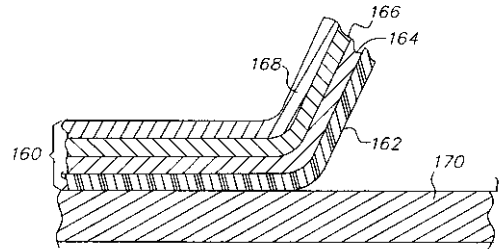
【 図 5 】



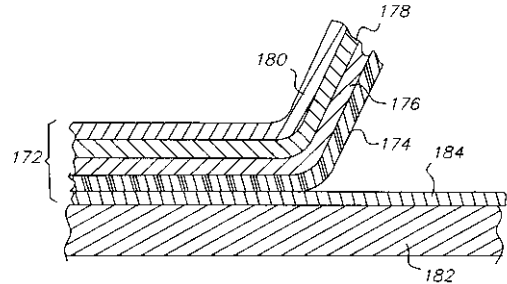
【 図 3 】



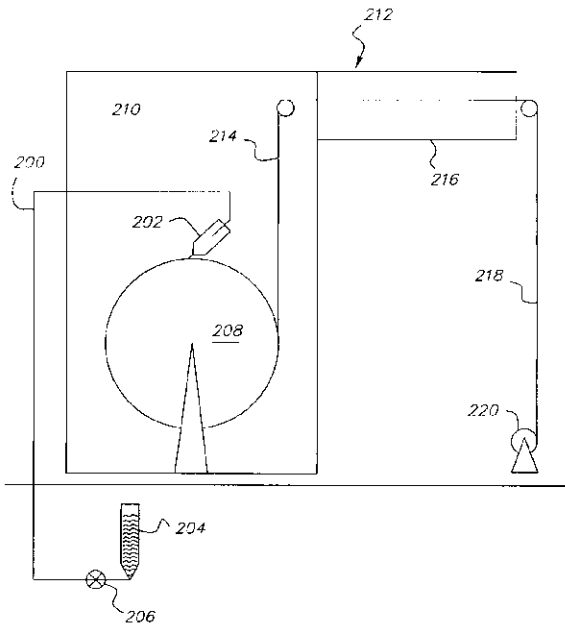
【 図 6 】



【 図 7 】



【 図 8 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C 0 8 L 69:00

F I

C 0 8 L 69:00

テーマコード(参考)

Fターム(参考) 4F071 AA50 AF30Y AH16 BA02 BB02 BC01
4F205 AA28 AB07 AB10 AC05 AE10 AG01 AG03 AH33 AH73 AJ03
AM32 AR06 GA07 GB01 GB26 GC06 GF24 GN22