



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년01월11일

(11) 등록번호 10-1584024

(24) 등록일자 2016년01월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B32B 27/36 (2006.01) **G02B 5/30** (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-7014626 (분할)

(22) 출원일자(국제) 2007년06월21일

심사청구일자 2014년06월30일

(85) 번역문제출일자 2014년05월30일

(65) 공개번호 10-2014-0092373

(43) 공개일자 2014년07월23일

(62) 원출원 특허 10-2008-7031109

원출원일자(국제) 2007년06월21일

심사청구일자 2012년06월15일

(86) 국제출원번호 PCT/US2007/071728

(87) 국제공개번호 WO 2007/149955

국제공개일자 2007년12월27일

(30) 우선권주장

11/763,622 2007년06월15일 미국(US)

60/816,236 2006년06월23일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

JP2003515754 A*

US20040076844 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

리우, 리차드 와이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

헤브링크, 티모시 제이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 3 항

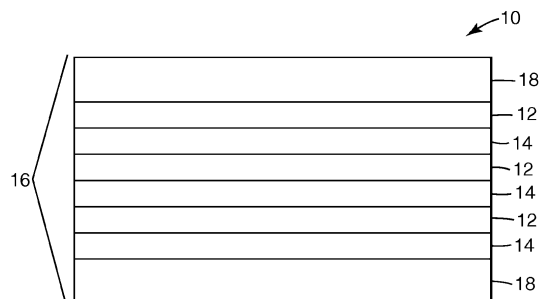
심사관 : 김정희

(54) 발명의 명칭 다층 광학 필름, 그의 제조방법, 및 그를 갖는 거래 카드

(57) 요약

다층 광학 필름은 제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함하며; 제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성기를 갖고; 제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함하고; 제1 및 제2 광학층은 적어도 하나의 축에 따른 굴절률이 적어도 0.04만큼 상이하다. 다층 광학 필름은 편광 필름, 반사 편광 필름, 확산 블렌드 반사 편광 필름, 확산 필름, 휘도 향상 필름, 터닝 필름, 거울 필름 또는 그 조합일 수 있다. 다층 광학 필름은 또한 금융 거래 카드, 신분증 카드, 키 카드 또는 티켓 카드와 같은 거래 카드일 수 있다. 다층 필름의 제조 방법이 또한 개시된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

존슨, 스티븐 에이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

노쓰, 디안

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

명세서

청구범위

청구항 1

제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함하는 다층 광학 필름이며,

제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하며, 0.25 몰% 이상 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖고, 상기 펜던트 이온성 기는 설포네이트 기, 포스포네이트 기, 카르복실레이트 기 또는 이들의 조합이고;

제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함하며;

제1 및 제2 광학층은 서로 직교하는 x-, y-축 중에서 적어도 하나의 축에 따른 굴절률이 0.04 이상만큼 상이하며, 다층 광학 필름은 50 내지 1000개의 광학층을 포함하는 것인, 다층 광학 필름.

청구항 2

각각 두께가 적어도 125 μm 인 제1 및 제2 중합체 층, 및

제1 중합체 층과 제2 중합체 층 사이에 배치된 다층 광학 필름을 포함하고;

상기 다층 광학 필름은 제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함하며;

제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하며, 0.25 몰% 이상 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖고, 상기 펜던트 이온성 기는 설포네이트 기, 포스포네이트 기, 카르복실레이트 기 또는 이들의 조합이고;

제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함하며;

제1 및 제2 광학층은 서로 직교하는 x-, y-축 중에서 적어도 하나의 축에 따라 굴절률이 0.04 이상만큼 상이하고;

다층 광학 필름은 50 내지 1000개의 광학층을 포함하는 것인,

400 내지 700 nm에서 평균 투과율이 적어도 50%인 거래 카드.

청구항 3

제2항에 있어서, 800 내지 1000 nm에서 평균 투과율이 16% 미만인 거래 카드.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

관련 출원과의 상호 참조

[0002]

본 출원은 2006년 6월 23일자로 출원된 미국 가특허 출원 제60/816236호(리우(Liu)등), 및 2007년 6월 15일자로 출원된 미국 특허 출원 제11/763,622호(리우 등)의 이점을 주장하는데, 이들의 개시 내용은 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0003]

교대 광학층을 포함하는 다층 광학 필름 및 그의 제조 방법이 개시된다. 다층 광학 필름은, 예를 들어, 반사 필름 및 개인 사용용으로 의도되는 것과 같은 거래 카드에 사용될 수 있다.

배경 기술

[0004]

다층 광학 필름이 매우 다양한 용도에서 사용된다. 다층 광학 필름의 특별한 한 가지 용도는 주어진 편광 및 파장 범위의 광을 반사하는 편광기 및 거울이다. 그러한 반사 필름은, 예를 들어, 액정 디스플레이에서 백라이트와 함께 사용되어 휘도를 향상시키고 눈부심(glare)을 감소시키며, 선글라스와 같은 용품에서는 광의 강도 및

눈부심을 감소시킨다. 다층 광학 필름은 또한 ATM과 같은 카드 판독기에 의해 거래 카드(transaction card)가 판독가능해지게 하기 위하여 거래 카드에서 IR 필터로서 사용될 수 있다.

[0005]

다층 광학 필름을 제조하는 데 유용한 중합체의 한 유형으로는 폴리에스테르가 있다. 폴리에스테르계 다층 광학 필름의 일례는 상이한 조성의 폴리에스테르 층들의 스택을 포함한다. 이러한 층들의 스택의 하나의 형상은 복굴절성 층들의 제1 세트 및 등방성 굴절률을 갖는 층들의 제2 세트를 포함한다. 제2 세트의 층들은 복굴절성 층들과 교대로 배치되어 광 반사를 위한 일련의 계면을 형성한다. 다층 광학 필름은 또한, 예를 들어, 층들의 스택의 적어도 하나의 표면을 덮어서 처리 동안 또는 그 후에 스택의 손상을 방지하는 하나 이상의 비-광학층을 포함할 수 있다. 층들의 다른 구성이 또한 알려져 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006]

거래 카드와 같은 용도에 사용하기에 적합하며 향상된 기계적 특성을 갖는 폴리에스테르계 다층 광학 필름의 개발이 필요하다.

과제의 해결 수단

[0007]

일 태양에서, 다층 광학 필름이 개시되며, 이 다층 광학 필름은 제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함하고; 제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖고; 제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함하고; 제1 및 제2 광학층은 적어도 하나의 축에 따른 굴절률이 적어도 0.04만큼 상이하다. 일부 실시 형태에서, 다층 광학 필름은 편광 필름, 반사 편광 필름, 확산 블렌드 반사 편광 필름, 확산 필름, 휘도 향상 필름, 터닝 필름(turning film), 거울 필름 또는 그 조합을 포함한다.

[0008]

다른 태양에서, 거래 카드가 개시되며, 이 거래 카드는 각각 두께가 적어도 약 125 μm 인 제1 및 제2 중합체 층; 및 제1 중합체 층과 제2 중합체 층 사이에 배치된 다층 광학 필름을 포함하고, 다층 광학 필름은 제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함하며; 제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖고; 제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함하고;

[0009]

제1 및 제2 광학층은 적어도 하나의 축에 따른 굴절률이 적어도 0.04만큼 상이하며; 거래 카드의 적어도 일부분은 400 내지 700 nm에서 평균 투과율이 적어도 50%이다. 일부 실시 형태에서, 거래 카드는 금융 거래 카드, 신분증 카드, 키 카드 또는 티켓 카드를 포함한다.

[0010]

다른 태양에서, 다층 광학 필름의 제조 방법이 개시되며, 이 방법은 제1 및 제2 광학층의 교대층을 공압출하는 단계 - 여기서, 제1 광학층은 제1 폴리에스테르를 포함하고, 제1 폴리에스테르는 제1 다이카르복실레이트 단량체 및 제1 다이올 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 제1 다이카르복실레이트 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖고; 제2 광학층은 제2 폴리에스테르를 포함함 - ; 공압출된 교대층을 제1 및 제2 광학층의 Tg를 초과하는 예열 온도로 예열하는 단계; 제1 및 제2 광학층은 적어도 하나의 축에 따른 굴절률이 적어도 0.04만큼 상이하도록, 공압출된 교대층을 예열 후에 신장시키는 단계를 포함한다.

[0011]

본 발명의 이들 태양 및 기타 태양이 하기에 제시되는 도면과 함께 상세한 설명에서 설명된다. 어떠한 경우에도 상기 개요는 본 명세서에 개시된 청구의 범위에 의해서만 한정되는 청구된 본 발명을 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

발명의 효과

[0012]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 많은 이점을 제공한다. 한 예로서, 당업계에 공지된 다층 광학 필름들과 비교할 때 본 다층 광학 필름은 광학층들 사이에 증가된 층간 접착성을 나타낸다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 증가된 층간 접착성과 조합되어 필름의 충분한 광학 성능이 유지될 수 있다는 점에서 유리하다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 증가된 층간 접착성과 조합되어 필름의 높은 수축성이 유지될 수 있다는 점에서 유리하다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 당업계에 공지된 다층 광학 필름과 비교하여 내수성의 이점을 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0013]

도 1은 예시적인 다층 광학 필름의 단면도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014]

본 발명은 도면에 도시된 예시적인 것과 같은 다층 광학 필름에 관한 것이다. 다층 광학 필름(16)은 제1 및 제2 광학층(각각 12 및 14)의 교대층을 포함한다. 일반적으로, 제1 및 제2 광학층은 굴절률 특징이 상이하여서 일부 광이 인접 층들 사이의 계면에서 반사된다. 층들은 충분히 얇아서 복수의 계면에서 반사된 광은 원하는 반사 또는 투과 특성을 필름에 부여하기 위하여 보강 또는 상쇄 간섭을 겪는다. 자외선, 가시광선 또는 근적외선 파장에서 광을 반사하도록 디자인된 다층 광학 필름에 있어서, 각각의 층은 일반적으로 광학 두께(즉, 물리적 두께 곱하기 굴절률)가 약 $1\ \mu\text{m}$ 미만이다. 따라서, 일 실시 형태에서, 제1 및 제2 광학층은 두께가 각각 약 $1\ \mu\text{m}$ 미만이다. 그러나, 필름의 외측 표면 상의 피층, 또는 광학층들의 묶음을 분리하는 필름 내에 배치된 보호 경계 층과 같이, 더 두꺼운 층이 또한 포함될 수 있다. 도면은 또한 다층 광학 필름(16)의 외측 표면 상에 층(18)을 포함하는 예시적인 다층 광학 필름(10)을 도시한다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 어디에서나 2 내지 약 5000개의 광학층, 바람직하게는 3 내지 1000개의 광학층, 그리고 더욱 바람직하게는 3 내지 700개의 광학층을 포함할 수 있다. 일 실시 형태에서, 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 50 내지 700개의 광학층을 포함한다.

[0015]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 편광 필름, 반사 편광 필름, 확산 블렌드 반사 편광 필름, 확산 필름, 휘도 향상 필름, 터닝 필름, 거울 필름, 또는 그 조합을 포함할 수 있다. 다층 광학 필름은, 예를 들어, 미국 특허 제6,352,761 B1호(헤브링크(Hebrink) 등); 미국 특허 제7,052,762 B2호(헤브링크 등); 미국 특허 제6,641,900 B2호(헤브링크 등); 미국 특허 제6,569,515 B2호(헤브링크 등); 및 미국 특허 제2006/0226561 A1호(메릴(Merrill) 등)에서 설명되는데, 상기 특허 모두는 이들이 포함하는 모든 것에 대하여 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0016]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 많은 이점을 제공한다. 한 예로서, 당업계에 공지된 다층 광학 필름들과 비교할 때 본 다층 광학 필름은 광학층들 사이에 증가된 층간 접착성을 나타낸다. 층간 접착성은 박리 강도 및 층분리 저항성(delamination resistance)으로서 설명될 수 있다. 증가된 층간 접착성에 의해, 층들의 층분리가 감소되거나, 또는 전형적으로 다층 광학 필름이 사용될 용도에 좌우되는 원하는 최소 박리 강도 미만에서는 층분리가 심지어 없어질 수 있다. 따라서, 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 정보 저장용 거래 카드와 같이 높은 박리 강도가 필요한 용도에 사용될 수 있다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 거래 카드의 특정 시험 방법뿐만 아니라 허용 기준을 정의한 국제 표준 ISO/IEC 10373-1:1998(E)에 설명된 바와 같이 측정될 때 적어도 약 $0.34\ \text{N/mm}$ ($\sim 2\ \text{lb/in}$)의 평균 박리 강도를 나타낸다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 적어도 약 $39\ \text{g/cm}$ 의 90도 평균 박리 강도를 나타낸다.

[0017]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 증가된 층간 접착성과 조합되어 필름의 충분한 광학 성능이 유지될 수 있다는 점에서 유리하다. 상기에 인용된 참고문헌에 설명된 바와 같이, 다층 광학 필름은 전형적으로 공압출한 후 한 방향 또는 두 방향으로 연신(drawing) 또는 신장하여 배향한다. 층간 접착성을 향상시키기 위한 한 방법은 연신비, 즉, 필름이 신장되는 정도를 감소시키는 것이다. 이러한 접근법은 계면상 두께(interphase thickness)가 전체 필름 두께에 비례한다는 개념을 이용한다. 따라서, 필름 두께 감소를 보다 적게 하여 계면상 두께를 증가시키고 계면상을 가로지른 얽힘(entanglement)이 더 많아지게 할 수 있다. 그러나, 연신비가 너무 작으면 광학 성능에 문제가 생길 수 있다. 예를 들어, 필름의 배향 동안 복굴절이 너무 적게 나타날 경우 광 이득(optical gain)의 감소가 관찰될 수 있다. 다른 예를 들자면, 너무 두꺼운 계면상은 흔히 굴절률 구배(index gradient)를 뚜렷하게 하기 보다는 불명확하고 점진적이라도 하기 때문에 간섭의 결여와 같은 광학적 아티팩트(artifact)가 관찰될 수 있다. 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 층간 접착성에 해로운 영향을 주지 않으면서 필름에 원하는 광학 특성을 부여하기에 충분한 비로 연신될 수 있다.

[0018]

다층 광학 필름의 층간 접착성을 향상시키는 다른 방법은 필름을 신장시킨 후에 이것을 열경화하는 것이다. 신장 동안 필름에서 증강된 내부 응력의 방출에 열이 도움이 될 수 있기 때문에, 또는 열이 에스테르 교환 반응 및/또는 층들 사이의 상호확산으로 이어질 수 있기 때문에 층간 접착성이 증가되는 것으로 생각된다. 그러나, 열경화는 흔히 다층 광학 필름의 광학 성능 및 기계적 완전성(mechanical integrity)에 영향을 줄 수 있다. 당업계에 공지된 다층 필름과 비교하여 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 광학 성능에 해로운 영향을 주지 않으면서 더 낮은 온도에서 열경화될 수 있다.

- [0019] 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 증가된 층간 접착성과 조합되어 필름의 높은 수축성이 유지될 수 있다는 점에서 유리하다. 높은 수축성은 주름 없이 필름의 라미네이션을 용이하게 할 수 있는데, 이는 다층 광학 필름을 폴리비닐 클로라이드, 폴리카르보네이트 등의 중합체와 같은 더 적게 수축가능한 다른 중합체와 라미네이트하는 용도에서 특히 유리하다. 광학 필름의 수축성이 다른 중합체보다 유의하게 더 낮은 경우에 라미네이트의 열처리하는 좌굴을 야기할 수 있다. 필름의 수축은 내부 응력과 관련되고 내부 응력은 다층 필름의 일반적으로 열등한 층간 접착성의 원인이 되므로, 전형적으로 층간 접착성과 수축 사이의 조화(trade-off)가 있게 된다.
- [0020] 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 또한 당업계에 공지된 다층 광학 필름과 비교하여 내수성의 이점을 제공한다. 이것은 예기치 않은 것인데, 그 이유는 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름이 당업계에 공지된 필름의 제조에 사용되는 중합체와 비교하여 더 많은 물을 흡수할 수 있는 중합체를 포함하기 때문이다. 예를 들어, 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 장기간 동안 물에 침지될 수 있으며, 그럼에도 불구하고 투명성 및 우수한 완전성을 유지할 수 있다. 종합적으로, 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 용도에 따라 투명성, 탁도 및 투과성 특징을 충족시키도록 디자인될 수 있기 때문에 유리하다. 한 예로서, 본 다층 광학 필름은 탁도 값이 약 50% 미만이다.
- [0021] 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 제1 및 제2 폴리에스테르로 제조된 제1 및 제2 광학층의 교대층을 포함한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 폴리에스테르라는 용어는 단일 다이카르복실레이트 단량체 및 단일 다이올 단량체로 제조된 폴리에스테르를 말하며, 또한 하나 초과와 다이카르복실레이트 단량체 및/또는 하나 초과와 다이올 단량체로 제조된 코폴리에스테르를 말한다. 일반적으로, 폴리에스테르는 다이카르복실레이트 단량체의 카르복실레이트기와 다이올 단량체의 하이드록실기의 축합에 의해서 제조된다.
- [0022] 제1 폴리에스테르는 펜던트 이온성 기를 갖는 제1 다이카르복실레이트 단량체를 포함한다. 펜던트 이온성 기는 폴리에스테르의 주 골격을 형성하는 중합 반응에 참여하지 않는 기이다. 이론에 의해 구애되고자 하는 것은 아니지만, 한 층의 펜던트 이온성 기가 인접 층의 카르보닐 산소와 같은 극성 기와 상호작용한 결과로서 층간 접착성이 증가하는 것으로 여겨지며, 한 층의 펜던트 이온성 기가 인접 층에 존재하는 반대이온과 상호작용하는 것도 가능하다.
- [0023] 이온성 기의 부피 밀도는 문헌[Liu et al., Macromolecules, 2005, 38, 4819-4827]에 따라 주어진 계면상에 대해 계산될 수 있다. 계면상 두께를 10 nm로 그리고 얽힘 반경(radius of entanglement)을 2 nm로 가정할 때, 두 중합체 층의 계면상 얽힘의 부피 밀도는 약 $3.0 \times 10^{13}/\text{cm}^3$ 이다. 펜던트 이온성 기를 갖는 다이카르복실레이트 단량체가 0.5 몰%이면, 계면상에 약 $1.4 \times 10^{13}/\text{cm}^3$ 의 이온성 기가 있고, 이는 계면상 얽힘 횟수의 대략 절반이다. 펜던트 이온성 기를 갖는 다이카르복실레이트 단량체가 5 몰%이면, 계면상에 약 $1.4 \times 10^{14}/\text{cm}^3$ 의 이온성 기가 있고, 이는 계면상 얽힘 횟수의 약 4배 내지 5배이다. 따라서, 펜던트 이온성 기를 갖는 소량의 제1 다이카르복실레이트 단량체를 사용할 수 있다.
- [0024] 제1 다이카르복실레이트 단량체는 적어도 2종의 상이한 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖는다. 일 실시 형태에서, 제1 다이카르복실레이트 단량체는 적어도 2종의 상이한 단량체를 포함하고, 약 0.25 내지 약 4 몰% 미만의 단량체는 펜던트 이온성 기를 갖는다. 펜던트 이온성 기를 갖는 단량체의 특정 몰%는 전술한 범위 내에서 특별히 제한되지 않으며, 원하는 필름 특성에 따라 선택될 수 있다. 이는 다시 제1 폴리에스테르를 형성하는 데 사용되는 다른 단량체뿐만 아니라 제2 폴리에스테르를 형성하는 데 사용되는 단량체에 따라 달라진다. 전형적으로, 용도에 따라 좌우되는 최소 박리 강도뿐만 아니라 최소량의 내수성이 요구된다. 펜던트 이온성 기를 갖는 단량체의 특정 몰%는 공압출되기 전 또는 후에 용융물에서 비상용성 문제가 없도록, 그리고 용융물의 리올로지가 층 형성에 사용되는 특정 공압출 방법에 반드시 호의적하도록 선택되어야만 한다.
- [0025] 펜던트 이온성 기의 몰%를 10 몰% 미만으로 유지함으로써, 여러 문제들이 경감될 수 있다. 예를 들어, 폴리에스테르는 용융 처리 동안 제거하기 어려울 수 있는 수분을 흡수하는 경향이 더 적다. 폴리에스테르 층의 수분의 존재는 압출을 어렵게 만드는 바람직하지 못한 유동학적 거동에 이를 수 있다. 더욱이, 수분은 압출된 층에서 두께 변동을 야기할 수 있으며, 이러한 변동은 광학 성능에 해롭다. 또 다른 이점은 필름의 수분 민감성이 감소된다는 것이다. 또한, 펜던트 이온성 기의 양을 낮게 유지하는 것은 우수한 필름 형성에 필수적일 수 있는 긴 중합체 사슬의 형성을 용이하게 한다. 이와는 달리, 사슬이 너무 짧으면, 생성된 필름이 취성을 가질 수 있다.

- [0026] 제1 다이카르복실레이트 단량체는 광학 용도에 사용되는 폴리에스테르를 제조하는 데 있어서 공지된 임의의 다이카르복실레이트 단량체를 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "카르복실레이트" 및 "산"이라는 용어는 서로 바꾸어서 사용될 수 있으며 1 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 저급 알킬 에스테르를 포함한다. 제1 다이카르복실레이트 단량체의 예에는 나프탈렌 다이카르복실산; 테레프탈레이트 다이카르복실산; 프탈레이트 다이카르복실산; 아이소프탈레이트 다이카르복실산; (메트)아크릴산; 말레산; 이타콘산; 아젤라산; 아디프산; 세바식산; 노르보르넨 다이카르복실산; 바이-사이클로옥탄 다이카르복실산; 1,6-사이클로헥산 다이카르복실산; t-부틸 아이소프탈산; 트라이-멜리트산; 4,4'-바이페닐 다이카르복실산; 또는 그 조합이 포함되며; 이는 그의 다이메틸 에스테르 형태로 치환될 수 있다.
- [0027] 임의의 전술한 다이카르복실산 기는 펜던트 이온성 기를 제공하기 위하여 이온성 기로 치환될 수 있다. 펜던트 이온성 기는 이를 폴리에스테르의 측쇄 상에 그래프트하거나, 폴리에스테르의 말단기로서 캡핑(capping)하거나, 또는 중합 동안 펜던트 이온성 기를 갖는 단량체를 포함시켜 제1 폴리에스테르를 형성함으로써 도입될 수 있다. 펜던트 이온성 기는 음이온성 또는 양이온성일 수 있다. 음이온성 기의 예에는 설포네이트, 포스포네이트 또는 카르복실레이트 기 또는 그 조합이 포함된다. 양이온성 기의 예에는 암모늄 및 설포늄 기가 포함된다. 펜던트 이온성 기를 갖는 제1 다이카르복실레이트 단량체는 동일하거나 상이한 펜던트 이온성 기를 갖는 하나 이상의 다이카르복실레이트 단량체를 포함할 수 있다. 각각의 펜던트 이온성 기는 무기 또는 유기 반대이온일 수 있는 반대이온과 회합된다. 무기 반대이온의 예에는 소듐, 포타슘, 리튬, 아연, 마그네슘, 칼슘, 코발트, 철, 알루미늄 또는 안티몬 반대이온 또는 그 조합이 포함된다. 유기 반대이온의 예에는 C2 -C20 화합물, 특히, 카르복실레이트가 포함된다. 바람직한 유기 반대이온에는 시트레이트, 말레이트, 말로네이트, 말레에이트, 아디페이트, 석시네이트, 아세테이트, 프로피오네이트, 락테이트, 타르트레이트, 글리콜레이트 및 그 조합이 포함된다. 펜던트 이온성 기를 갖는 유용한 제1 다이카르복실레이트 단량체는 소듐 5-설포아이스프탈레이트와 같은 5-설포아이스프탈레이트의 염을 포함한다.
- [0028] 제1 다이올 단량체는 하나 이상의 다이올 단량체를 포함할 수 있고, 이는 광학 용도를 위한 폴리에스테르 제조에 사용되는 임의의 것일 수 있다. 유용한 다이올 단량체는 또한 2개 초과와 하이드록실기를 갖는 것들을 포함하며, 예를 들어, 트라이올, 테트라올 및 펜타올이 또한 유용할 수 있다. 일반적으로, 지방족 다이올 및 글리콜이 유용하며, 그 예는 1,6-헥산다이올; 1,4-부탄 다이올; 트라이메틸올프로판; 1,4-사이클로헥산다이메탄올; 1,4-벤젠다이메탄올; 네오펜틸 글리콜; 에틸렌 글리콜; 프로필렌 글리콜; 폴리에틸렌 글리콜; 트라이사이클로데칸다이올; 노르보르넨 다이올; 바이사이클로-옥탄다이올; 펜타에리트리톨; 비스페놀 A; 및 1,3-비스 (2-하이드록시에톡시)벤젠을 포함한다.
- [0029] 일 실시 형태에서, 제1 폴리에스테르는 나프탈렌 다이카르복실레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 폴리에틸렌 나프탈레이트(PEN)의 유도체를 포함할 수 있다. 이 유도체는 나프탈렌 다이카르복실레이트를 제1 다이카르복실레이트 단량체의 총수가 동일하도록 5-설포아이스프탈레이트의 염으로 치환하여 얻어진다. 특정한 일례에서, 제1 폴리에스테르는 나프탈렌 다이카르복실레이트와, 5-설포아이스프탈레이트의 염을 포함할 수 있고; 제1 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜을 포함한다. 예를 들어, 제1 폴리에스테르는 100 몰%의 에틸렌 글리콜에 대하여 2 몰%의 소듐 5-설포아이스프탈레이트 및 98 몰%의 나프탈렌 다이카르복실레이트를 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 폴리에스테르는 100 몰%의 에틸렌 글리콜에 대하여 5 몰%의 소듐 5-설포아이스프탈레이트 및 95 몰%의 나프탈렌 다이카르복실레이트를 포함할 수 있다.
- [0030] 다른 실시 형태에서, 제1 폴리에스테르는 나프탈렌 다이카르복실레이트, 테레프탈레이트, 및 하나 이상의 다이올 단량체를 포함하는 CoPEN의 유도체를 포함할 수 있다. 이 유도체는 제1 다이카르복실레이트 단량체의 총수가 동일하도록 나프탈렌 다이카르복실레이트 및/또는 테레프탈레이트를 다이메틸 5-설포아이스프탈레이트의 염으로 치환하여 얻어진다. 일례에서, 제1 다이카르복실레이트 단량체는 나프탈렌 다이카르복실레이트, 테레프탈레이트, 및 5-설포아이스프탈레이트의 염을 포함할 수 있고; 제1 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜, 1,6-헥산다이올, 네오펜틸글리콜 및 트라이메틸올 프로판으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 제1 다이카르복실레이트 단량체는 소듐 5-설포아이스프탈레이트, 나프탈렌 다이카르복실레이트 및 테레프탈레이트를 포함할 수 있고; 제1 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜 및 1,6-헥산다이올을 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 다이카르복실레이트 단량체는 3-5 몰%의 소듐 5-설포아이스프탈레이트, 75 몰%의 나프탈렌 다이카르복실레이트 및 20-22 몰%의 테레프탈레이트를 포함할 수 있고; 제1 다이올 단량체는 80-92 몰%의 에틸렌 글리콜 및 8-20 몰%의 1,6-헥산다이올을 포함할 수 있다.
- [0031] 다른 실시 형태에서, 제1 폴리에스테르는 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET)의 유도체를 포함할 수 있다. 이 유도체는 테레프탈레이트를 제1 다이카르복실레이트 단량체의 총수

가 동일하도록 5-설폰아이스프탈레이트의 염으로 치환하여 얻어진다. 예를 들어, 제1 다이카르복실레이트 단량체는 5-설폰아이스프탈레이트의 염 및 테레프탈레이트를 포함할 수 있고; 제1 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜 및 네오펜틸글리콜로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 단량체를 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 폴리에스테르는 10몰% 미만의 5-설폰아이스프탈레이트의 소듐염 및 적어도 90 몰%의 테레프탈레이트를 포함할 수 있으며; 제1 다이올 단량체는 70-75 몰%의 에틸렌 글리콜 및 25-30 몰%의 네오펜틸글리콜을 포함할 수 있다.

[0032]

제1 광학층은 펜던트 이온성기를 포함하는 제1 폴리에스테르 외에 다른 중합체를 포함할 수 있다. 전형적으로, 상기 다른 중합체는 펜던트 이온성기를 갖지 않는다. 예를 들어, 제1 광학층은 제1 폴리에스테르와 다른 폴리에스테르의 블렌드를 포함할 수 있다. 특히, 제1 폴리에스테르는 5-설폰아이스프탈레이트의 염, 테레프탈레이트, 에틸렌 글리콜 및 네오펜틸글리콜을 포함할 수 있고; 제2 폴리에스테르는 테레프탈레이트, 에틸렌 글리콜 및 네오펜틸글리콜을 포함할 수 있다. 이 경우에, 제1 및 제2 폴리에스테르는 각각 5 대 95, 또는 80 대 20의 비로 블렌딩될 수 있다.

[0033]

제1 광학층은 하나 이상의 촉매 및/또는 안정제와 같은 추가 성분들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 제1 광학층은 베틸륨, 소듐, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 바륨, 붕소, 알루미늄, 갈륨, 망간, 코발트, 아연 및 안티몬으로 이루어진 군으로부터 선택되는 금속의 아세테이트 또는 산화물을 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 광학층은 인산 또는 트라이메틸 포스페이트와 같은 하나 이상의 인 화합물을 포함할 수 있다. 제1 광학층은 0.5 중량% 미만, 또는 0.1 중량% 미만의 하나 이상의 촉매 및/또는 안정제를 포함할 수 있다. 특히, 제1 폴리에스테르는 약 0.5 중량% 이하의 1가 유기염을 포함할 수 있다.

[0034]

다층 광학 필름은 제2 폴리에스테르를 포함하는 제2 광학층을 포함한다. 제2 폴리에스테르는 펜던트 이온성기를 전혀 갖지 않을 수 있다. 예를 들어, 제2 다이카르복실레이트 단량체는 나프탈렌 다이카르복실레이트를 포함할 수 있고; 제2 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜을 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제2 다이카르복실레이트 단량체는 테레프탈레이트를 포함할 수 있고 제2 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜 및 네오펜틸 글리콜을 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제2 다이카르복실레이트 단량체는 나프탈렌 다이카르복실레이트 및 테레프탈레이트를 포함할 수 있고; 제2 다이올 단량체는 에틸렌 글리콜을 포함할 수 있다. 제2 폴리에스테르는 펜던트 이온성기를 가질 수 있는데, 즉, 제2 폴리에스테르는 제2 다이카르복실레이트 단량체 및 제2 다이올 단량체를 포함할 수 있고, 약 0.25 내지 10 몰% 미만의 제2 다이카르복실레이트 단량체가 펜던트 이온성기를 갖는다. 제1 광학층에 대하여 설명한 바와 같이, 제2 광학층은 제2 폴리에스테르 외에 다른 중합체를 포함할 수 있다. 제2 광학층은 또한 제1 광학층에 대하여 설명한 바와 같이 추가 성분들을 포함할 수 있다.

[0035]

제1 및 제2 광학층의 특정 조합이 유용하다. 예를 들어, 제1 광학층은 5-설폰아이스프탈레이트의 염, 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 제1 폴리에스테르와, 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 다른 폴리에스테르의 블렌드를 포함할 수 있고; 제2 광학층은 나프탈렌 다이카르복실레이트, 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 제2 폴리에스테르를 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 광학층은 5-설폰아이스프탈레이트의 염, 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 제1 폴리에스테르를 포함할 수 있고; 제2 광학층은 나프탈렌 다이카르복실레이트, 테레프탈레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 제2 폴리에스테르를 포함할 수 있다. 다른 예를 들자면, 제1 광학층은 5-설폰아이스프탈레이트의 염, 나프탈렌 다이카르복실레이트 및 에틸렌 글리콜을 포함하는 제1 폴리에스테르를 포함할 수 있고; 제2 광학층은 테레프탈레이트, 에틸렌 글리콜 및 네오펜틸 글리콜을 포함하는 제2 폴리에스테르를 포함할 수 있다.

[0036]

일부 실시 형태에서, 층간 접착성을 증가시키기 위하여 소듐 이온을 하나의 또는 둘 모두의 광학층 내로 혼입하는 것이 유익할 수 있다. 소듐 이온의 공급원은 단량체, 예를 들어, 소듐 5-아이스프탈레이트, 및/또는 아세트산나트륨과 같은 무기 또는 유기 염일 수 있다. 제1 광학층은 적어도 약 1000 ppm의 소듐 이온을 포함할 수 있으며 반면에 제2 광학층은 소듐 이온을 전혀 포함하지 않도록 다층 광학 필름을 디자인할 수 있다. 제1 및 제2 광학층 각각이 적어도 약 1000 ppm의 소듐 이온을 포함하는 다층 광학 필름에 있어서 상승 작용 효과를 얻을 수 있다.

[0037]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 광이 관리되고, 향상되고, 조작되고, 조절되고, 유지되고, 투과되고, 반사되고, 굴절되고, 흡수되는 등의 광학 용도에 사용하기에 적합하다. 예를 들어, 광학용품은 그래픽 아트 용도, 예를 들어, 백라이트 사인(backlit sign), 광고판 등에 사용될 수 있다. 광학용품은, 최소한, 광원 및 디스플레이 패널을 포함하는 디스플레이 장치에 사용될 수 있다. 이 경우에, 광학용품은 전형적으로 디스플레이 패널의 면적에 비견되는 면적을 가지며, 디스플레이 패널과 광원 사이에 배치될 것이다. 디스플레이 장치 내에

광학용품이 존재할 때, 디스플레이 패널에서의 휘도가 증가한다. 광원에 의해 방출된 광을 확산시키는 것과 같은 다른 목적으로 디스플레이 장치 내에 광학용품을 사용하여, 광학용품이 사용되지 않은 디스플레이 장치와 비교할 때 관찰자가 개별 광원의 형상, 크기, 수 등을 덜 인식할 수 있도록 할 수 있다. 디스플레이 패널은 이미지, 그래픽, 텍스트 등을 생성할 수 있는 임의의 유형일 수 있으며, 단색 또는 다색일 수 있다. 예에는 액정 디스플레이 패널, 플라즈마 디스플레이 패널 또는 터치 스크린이 포함된다. 광원은 하나의 광원 또는 여러 개별 광원을 포함할 수 있으며, 예에는 형광 램프, 인광(phosphorescent light), 발광 다이오드 또는 그 조합이 포함된다. 디스플레이 장치의 예에는 텔레비전, 모니터, 랩톱 컴퓨터, 및 휴대전화, PDA, 계산기 등과 같은 핸드헬드(handheld) 장치가 포함된다.

[0038]

다층 광학 필름이 사용될 수 있는 특정 광학 용도는 미국 특허 제6,290,137 B1호(키크해퍼(Kiekhäfer)); 미국 특허 제2005/0040242 A1호(비나우(Beenau) 등); 미국 특허 제2005/259326 A1호(베버(Weber) 등); 및 미국 특허 제2006/0196948 A1호(베버 등)에 설명된 것과 같은 거래 카드인데, 상기 특허 모두는 이들이 포함하는 모든 것에 대하여 본 명세서에 참고로 포함된다. 거래 카드는 개인적 용도로 충분히 작은, 실질적으로 평평하고, 얇고, 딱딱한 용품이며, 예에는 금융 거래 카드(신용 카드, 직불 카드 및 스마트 카드 포함), 신분증 카드, 키 카드, 및 티켓 카드가 포함된다. 일 실시 형태에서, 거래 카드는 각각 두께가 적어도 약 125 μm 인 제1 및 제2 중합체층을 포함하며, 두 층 사이에 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름이 배치된다. 제1 및 제2 중합체층은 독립적으로 폴리비닐클로라이드, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리에틸렌 나프탈레이트, 폴리카르보네이트, 폴리스티렌, 스티렌아크릴로니트릴, 폴리메틸메타크릴레이트, 글리콜-개질된 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 코폴리에스테르 또는 그 조합을 포함할 수 있다.

[0039]

특별한 유형의 거래 카드로는 본 명세서에서 VLT 카드라고 말하는 가시광 투과성 카드가 있는데, 상기 카드를 통해 적어도 일부분의 가시광이 적어도 하나의 영역에서 투과하고, 이 영역은 400 내지 700 nm에서 평균 투과율이 적어도 약 50%, 더욱 바람직하게 적어도 약 70%이다. VLT 카드는 전형적으로 대부분의 IR 방사선을 실질적으로 차단하여 카드의 적어도 하나의 영역이 800 내지 1000 nm에서 약 16% 미만의 평균 투과율을 나타내도록 디자인된다. VLT 카드는 상당한 양의 탁도를 가질 수 있으며(따라서 반투명임), 염료 또는 안료를 혼입하거나 또는 다층 광학 필름의 반사 밴드를 적합하게 배치함과 같은 것에 의해 색을 띠게 하거나 이와 달리 착색시킬 수 있다. VLT 카드는 또한 실질적으로 투명하고 무색이며, 예를 들어, 무색투명(water-clear)할 수 있다. 일 실시 형태에서, 다층 광학 필름이 포함된 거래 카드는 탁도가 약 12% 미만이다. 다층 광학 필름은 상기에 인용된 참고 문헌들에 설명된 바와 같이 접착제, 프라이머 등을 사용하여 VLT 카드 내로 포함시킬 수 있다.

[0040]

본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름은 임의의 전술한 참고 문헌에 설명된 바와 같이 중합체들의 공압출로 형성시킬 수 있다. 압출 조건은 연속적이고 안정한 방식으로 공급 스트림 또는 용융 스트림으로서 중합체를 적절히 공급하고, 용융하고, 혼합하고 펄핑하도록 선택된다. 각각의 용융 스트림을 형성 및 유지하는 데 사용되는 온도는 당해 범위의 하한에서 냉동, 결정화 또는 부당하게 큰 압력 강하를 감소시키고 상한에서는 열화를 감소시키는 범위 이내로 선택된다. 바람직하게는, 다양한 층들의 중합체가 유사한 유동 특성(예를 들어, 용융 점도)을 가져서 유동 방해 없이 공압출될 수 있도록 선택된다.

[0041]

각각의 공급 스트림은 넥 튜브(neck tube)를 통해, 연속적이고 균일한 중합체 유동 속도를 조절하는 데 사용되는 기어 펌프로 수송된다. 정적 혼합 유닛을 넥 튜브의 단부에 배치하여 용융 스트림을 기어 펌프로부터 균일한 용융 스트림 온도를 가진 피드블록(feedblock)으로 운반할 수 있다. 용융 스트림의 균일한 유동을 향상시키기도 하고 용융 처리 동안 열화를 감소시키기도 하도록 전형적으로 전체 용융 스트림은 가능한 한 균일하게 가열된다.

[0042]

상부층 및 기저부층이 동일한 재료를 포함하는 경우, 다층 피드블록을 사용하여 압출가능한 중합체를 상부층 및 기저부층 각각을 위하여 하나씩, 2개의 용융 스트림으로 나눌 수 있다. 임의의 용융 스트림으로부터의 층은 주 유동 채널로부터 스트림의 일부를 피드블록 매니폴드의 층 슬롯으로 향하는 사이드 채널 튜브 내로 순차적으로 뽑아냄으로써 생성된다. 층 유동은 흔히 기계 장치에서 행한 선택뿐만 아니라, 개별적인 사이드 채널 튜브 및 층 슬롯의 형상 및 물리적 치수에 의해서 제어된다.

[0043]

피드블록의 하류측 매니폴드는 흔히 함해진 다층 스택의 층들을 압착하여 균일하게 횡방향으로 펼치도록 형성된다. 이어서, 피드블록 매니폴드에서 나오는 다층 스택은 단일 매니폴드 다이와 같은 최종 성형 유닛으로 유입될 수 있다. 이어서, 생성된 웹은 때로 주조 휠 또는 주조 드럼으로 불리는 냉각 롤 상으로 주조된다. 이러한 주조는 흔히 닢 롤의 사용에 의해 보조된다. 일반적으로, 웹은 웹을 가로질러 균일한 두께로 주조되지만, 다이 립 제어에 의해 웹 두께의 계획적인 프로파일링(profile)이 유도될 수 있다. 대안적으로, 다중

-매니폴드 압출 다이가 주조 전에 층을 펼쳐서 합하는 데 사용될 수 있다.

- [0044] 냉각 후, 다층 웹을 연신하거나 신장시켜 다층 광학 필름을 생성하며; 연신 방법 및 공정과 관련된 상세 사항은 상기에 인용된 참고 문헌들에서 찾아 볼 수 있다. 편광기의 예시적인 한 가지 제조 방법에서, 단일 연신 단계가 사용된다. 이러한 공정은 텐터(tenter) 또는 길이 배향기(length orienter)에서 실시될 수 있다. 전형적인 텐터는 웹 경로에 대해 횡방향으로 연신하지만, 어떤 텐터는 웹 경로 또는 기계 방향으로 치수적으로 필름을 연신 또는 이완(수축)시키는 메커니즘을 갖춘다. 따라서, 이러한 예시적인 방법에서, 필름은 하나의 평면 내 방향으로 연신된다. 제2의 평면내 치수는 종래의 텐터에서와 같이 일정하게 유지되거나, 또는 길이 배향기에서와 같이 더 작은 폭으로 넥인(neck in)될 수 있다. 이러한 넥인은 상당할 수 있으며 연신비와 함께 증가될 수 있다.
- [0045] 다른 예시적인 편광기 제조 방법에서, 순차적인 연신 단계가 사용된다. 이러한 공정은 길이 배향기 및/또는 텐터에서 실시될 수 있다. 전형적인 길이 배향기는 웹 경로 방향으로 연신하지만, 텐터는 웹 경로에 대해 횡방향으로 연신한다. 예시적인 한 방법에서, 필름은 롤-롤(roll-to-roll) 공정에서 둘 모두의 평면내 방향으로 순차적으로 연신된다. 또 다른 예시적인 방법에서, 필름은 배치 배향기에서 둘 모두의 평면내 방향으로 동시에 연신된다. 또 다른 예시적인 방법에서, 필름은 다른 방향의 폭을 일정하게 유지하면서 배치 배향기에서 오직 한 방향으로 연신된다.
- [0046] 거울의 예시적인 일 제조 방법에서, 2단계 연신 공정이 복굴절 재료를 둘 모두의 평면내 방향으로 배향하는 데 사용된다. 연신 공정은 상기에서 설명한 단일 단계 공정들의 임의의 조합일 수 있으며 2개의 평면내 방향으로 연신하는 것을 허용한다. 더욱이, 기계 방향에 따른 연신을 허용하는 텐터, 예를 들어, 순차적으로 또는 동시에 두 방향으로 연신할 수 있는 2축 텐터를 사용할 수 있다. 이러한 후자의 경우에, 단일 2축 연신 공정을 사용할 수 있다.
- [0047] 또 다른 편광기 제조 방법에서, 다양한 재료들의 상이한 거동을 개별적인 연신 단계에 활용하는 다중 연신 공정을 사용하여 하나의 공압출된 다층 필름 내에 상이한 재료들을 포함하는 상이한 층들이 서로에 대하여 상이한 정도 및 유형의 배향을 갖도록 한다. 거울이 또한 이러한 방식으로 형성될 수 있다.
- [0048] 상기에 인용된 참고 문헌에 설명된 바와 같이, 본 발명에서 개시되는 다층 광학 필름의 반사 및 투과 특성은 각 층의 굴절률의 함수이다. 각 층은 평면내 굴절률 n_x , n_y , 및 필름의 두께 방향 축과 관련된 굴절률 n_z 에 의해 필름 내의 적어도 국소화된 위치에서 특징지워질 수 있다. 이러한 굴절률은 각각 서로 직교하는 x -, y - 및 z -축을 따라 편광된 광에 대한 대상 재료의 굴절률을 나타낸다. 실제로, 굴절률은 분별력 있는 재료 선택 및 처리 조건에 의해 제어된다.
- [0049] 개별적인 층은 가시광선 또는 근적외선과 같은 스펙트럼의 원하는 영역(들)에서 하나 이상의 반사 밴드를 제공하도록 맞추어진 두께 및 굴절률을 갖는다. 합리적인 수의 층으로 높은 반사도를 달성하기 위해, 인접하는 나노층은 바람직하게는 적어도 0.04의 x -축을 따라 편광된 광에 대한 굴절률 차이(Δn_x)를 나타낸다. 두 개의 직교하는 편광에 대하여 높은 반사도를 원한다면, 인접하는 나노층은 바람직하게는 적어도 0.04의 y -축을 따라 편광된 광에 대한 굴절률 차이(Δn_y)를 또한 나타낸다.
- [0050] 신장하기 전에, 다층 웹을 제1 및 제2 광학층의 T_g 를 초과하는 예열 온도로 예열한다. 그 후에, 예열된 웹을 2×2 내지 6×6 , 더욱 바람직하게는 3×3 내지 4×4 의 연신비로 신장한다. 신장한 후에, 생성된 다층 광학 필름을 적어도 5초, 더욱 바람직하게는 적어도 20초간 사후-가열할 수 있다. 사후-가열은 180 내지 250°C의 예비-경화 온도에서, 예를 들어, 적어도 204°C, 또는 204 내지 250°C, 및 바람직하게는 220 내지 240°C의 온도에서 가열하는 것을 포함한다. 일 실시 형태에서, 다층 필름은 227°C에서 사후-가열된다. 다른 실시 형태에서, 다층 필름은 240°C에서 사후-가열된다.
- [0051] 하기의 실시예들은 설명을 위한 것이며, 어떤 방식으로든 본 발명의 범주를 한정하고자 하는 것은 아니다.
- [0052] 실시예
- [0053] 코폴리에스테르의 제조
- [0054] 폴리에스테르 A
- [0055] 폴리에스테르 A는 이산(diacid) 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용으로부터 생기고 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용으로부터 생성되는 폴리에틸렌 나프탈레이트 단일중합체(PEN)를 포함하였다.

폴리에스테르 A는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 136 kg의 다이메틸 나프탈렌 다이카르복실레이트, 73 kg의 에틸렌 글리콜, 27 g의 아세트산망간(II), 27 g의 아세트산코발트(II), 및 48 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 35 kg의 메탄올을 제거한 후에, 49 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 290℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.48 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0056]

폴리에스테르 B

[0057]

폴리에스테르 B는 2 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 98 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용으로부터 생성되는 에틸렌 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 B는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 138 kg의 다이메틸 나프탈렌 다이카르복실레이트, 3.4 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 78 kg의 에틸렌 글리콜, 32 g의 아세트산아연(II), 26 g의 아세트산코발트(II), 131 g의 아세트산나트륨, 및 68 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 38 kg의 메탄올을 제거한 후에, 58 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.37 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0058]

폴리에스테르 C

[0059]

폴리에스테르 C는 5 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 95 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용으로부터 생성되는 에틸렌 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 C는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 20.5 kg의 다이메틸 나프탈렌 다이카르복실레이트, 1.3 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 11.7 kg의 에틸렌 글리콜, 2.4 g의 아세트산아연(II), 2 g의 아세트산코발트(II), 19.6 g의 아세트산나트륨, 및 10.9 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 5 kg의 메탄올을 제거한 후에, 4.4 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.31 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0060]

폴리에스테르 D

[0061]

폴리에스테르 D는 10 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 90 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용으로부터 생성되는 에틸렌 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 D는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 19.2 kg의 다이메틸 나프탈렌 다이카르복실레이트, 2.6 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 11.6 kg의 에틸렌 글리콜, 2.4 g의 아세트산아연(II), 2 g의 아세트산코발트(II), 38.9 g의 아세트산나트륨, 및 10.9 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 5 kg의 메탄올을 제거한 후에, 4.4 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.26 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0062]

폴리에스테르 E

[0063]

폴리에스테르 E는 55 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고 45 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고 다이올 부분이 1,6-헥산 다이올을 포함하는 다이올의 혼합물의 사용으로부터 생성되는 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 E는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 88.5 kg의 다이메틸 2,6-나프탈렌 다이카르복실레이트, 57.5 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 81 kg의 에틸렌 글리콜, 4.7 kg의 1,6-헥산다이올, 239 g의 트라이메틸올 프로판, 22 g의 아세트산아연(II), 15 g의 아세트산 코발트(II), 및 51 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력

하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 39.6 kg의 메탄올을 제거한 후에, 37 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 290℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.56 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다. 이러한 방법으로 생성된 중합체는 분당 20℃의 온도 상승율로 시차 주사 열량법으로 측정할 때 유리 전이 온도(T_g)가 94℃였다.

[0064]

폴리에스테르 F

[0065]

폴리에스테르 F는 모든 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 90 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 10 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되는 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 F는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 126 kg의 다이메틸 나프탈렌 다이카르복실레이트, 11 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 75 kg의 에틸렌 글리콜, 27 g의 아세트산망간(II), 27 g의 아세트산코발트(II), 및 48 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 36 kg의 메탄올을 제거한 후에, 49 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 290℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.50 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0066]

폴리에스테르 G

[0067]

폴리에스테르 G는 3 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 22 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 75 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 84 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 16 몰%의 다이올 부분이 1,6-헥산다이올의 사용에 의해 생성되는 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 G는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 108.8 kg의 다이메틸 2,6-나프탈렌 다이카르복실레이트, 25.4 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 5.3 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 72.6 kg의 에틸렌 글리콜, 11.2 kg의 1,6-헥산다이올, 15 g의 아세트산아연(II), 13 g의 아세트산코발트(II), 126 g의 아세트산나트륨, 및 70 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 38 kg의 메탄올을 제거한 후에, 28 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.41 dL/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0068]

폴리에스테르 H

[0069]

폴리에스테르 H는 5 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 20 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 75 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 92 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 8 몰%의 다이올 부분이 1,6-헥산다이올의 사용에 의해 생성되는 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 H는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 110 kg의 다이메틸 2,6-나프탈렌다이카르복실레이트, 23.2 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 8.9 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 72.8 kg의 에틸렌 글리콜, 5.7 kg의 1,6-헥산다이올, 16 g의 아세트산아연(II), 13 g의 아세트산코발트(II), 128 g의 아세트산나트륨, 및 71 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 38 kg의 메탄올을 제거한 후에, 28 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 반응기로부터의 배출을 위한 전형적인 용융 점도를 나타내는 중합체가 생성될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0070]

폴리에스테르 I

[0071]

폴리에스테르 I는 10 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 40 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 50 몰%의 이산 부분이 나프탈렌 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 80 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사

용에 의해 생성되고, 20 몰%의 다이올 부분이 네오펜틸 글리콜의 사용에 의해 생성되는 나프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 I는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 75.8 kg의 다이메틸 2,6-나프탈렌다이카르복실레이트, 48.2 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 18.4 kg의 다이메틸 소듐 설펜타이소프탈레이트, 77 kg의 에틸렌 글리콜, 12.9 kg의 네오펜틸 글리콜, 0.1 kg의 트라이메틸올 프로판, 34 g의 아세트산아연(II), 20 g의 아세트산코발트(II), 150 g의 아세트산나트륨, 및 60 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 38 kg의 메탄올을 제거한 후에, 54 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 285℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 반응기로부터의 배출을 위한 전형적인 용융 점도를 나타내는 중합체가 생성될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0072] 폴리에스테르 J

[0073] 폴리에스테르 J는 이스트먼 케미칼 컴퍼니(Eastman Chemical Company)로부터 구매가능한 이스타(Eastar)(등록상표) 코폴리에스테르 6763이었다. 이스타(등록상표) 코폴리에스테르 6763은 글리콜-개질된 PET이며 펜던트 이온성기를 전혀 갖지 않는 것으로 여겨진다.

[0074] 폴리에스테르 K

[0075] 폴리에스테르 K는 5 몰%의 이산 부분이 소듐 설펜타이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 95 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 73 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 27 몰%의 다이올 부분이 네오펜틸 글리콜의 사용에 의해 생성되는 테레프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 K는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 146.6 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 11.8 kg의 다이메틸 소듐 설펜타이소프탈레이트, 91.5 kg의 에틸렌 글리콜, 22.7 kg의 네오펜틸 글리콜, 16 g의 아세트산아연(II), 16 g의 아세트산코발트(II), 142 g의 아세트산나트륨, 및 79 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 51 kg의 메탄올을 제거한 후에, 29 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 275℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.39 dl/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0076] 폴리에스테르 L

[0077] 폴리에스테르 L은 10 몰%의 이산 부분이 소듐 설펜타이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 90 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 73 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 27 몰%의 다이올 부분이 네오펜틸 글리콜의 사용에 의해 생성되는 테레프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 L은 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 138.8 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 23.5 kg의 다이메틸 소듐 설펜타이소프탈레이트, 91.5 kg의 에틸렌 글리콜, 22.7 kg의 네오펜틸 글리콜, 18 g의 아세트산아연(II), 14 g의 아세트산코발트(II), 146 g의 아세트산나트륨, 및 81 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 51 kg의 메탄올을 제거한 후에, 28 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 275℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.25 dl/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0078] 폴리에스테르 M

[0079] 폴리에스테르 M은 15 몰%의 이산 부분이 소듐 설펜타이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 85 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 73 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 27 몰%의 다이올 부분이 네오펜틸 글리콜의 사용에 의해 생성되는 테레프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 M은 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 108 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 28.2 kg의 다이메틸 소듐 설펜타이소프탈레이트, 75 kg의 에틸렌 글리콜, 18.6 kg의 네오펜틸 글리콜, 15 g의 아세트산아연(II), 12 g의 아세트산코발트(II), 250 g의 아세트산나트륨, 및 68 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 51 kg의 메탄올을 제거한 후에, 22 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 275℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1.33 kPa 미만으로 감소시켰다. 23℃에서 60/40

중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.21 dl/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0080] 폴리에스테르 N

[0081] 폴리에스테르 N은 이스트먼 케미칼 컴퍼니로부터 구매가능한 SA115 코폴리에스테르였다. SA115는 펜던트 이온성기를 전혀 갖지 않는 것으로 여겨진다.

[0082] 폴리에스테르 O

[0083] 폴리에스테르 O는 10 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 10 몰%의 이산 부분이 테레프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 80 몰%의 이산 부분이 사이클로헥산 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 30 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 70 몰%의 다이올 부분이 사이클로헥산 다이메탄올의 사용에 의해 생성되는 테레프탈레이트계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 O는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 11.3 kg의 다이메틸 테레프탈레이트, 17.3 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 92.4 kg의 다이메틸 사이클로헥산 다이카르복실레이트, 57.19 kg의 사이클로헥산 다이메탄올, 42.73 kg의 에틸렌 글리콜, 18 g의 아세트산아연(II), 14 g의 아세트산코발트(II), 146 g의 아세트산나트륨, 및 81 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 38.3 kg의 메탄올을 제거한 후에, 28 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 275℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1 토르 (131 N/m²)로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.41 dl/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0084] 폴리에스테르 P

[0085] 폴리에스테르 P는 10 몰%의 이산 부분이 소듐 설포아이소프탈산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 90 몰%의 이산 부분이 사이클로헥산 다이카르복실산 또는 이의 에스테르의 사용에 의해 생성되고, 30 몰%의 다이올 부분이 에틸렌 글리콜의 사용에 의해 생성되고, 70 몰%의 다이올 부분이 사이클로헥산 다이메탄올의 사용에 의해 생성되는 지환족계 코폴리에스테르였다. 폴리에스테르 P는 다음과 같이 제조하였다: 배치 반응기에 103.86 kg의 다이메틸 사이클로헥산 다이카르복실레이트, 17.26 kg의 다이메틸 소듐 설포아이소프탈레이트, 42.7 kg의 에틸렌 글리콜, 57.11 kg의 사이클로헥산 다이메탄올, 15 g의 아세트산아연(II), 12 g의 아세트산코발트(II), 250 g의 아세트산나트륨, 및 68 g의 아세트산안티몬(III)을 충전하였다. 137 kPa (20 psig)의 압력 하에, 에스테르화 반응의 부산물인 메탄올을 제거하면서 이 혼합물을 254℃로 가열하였다. 39 kg의 메탄올을 제거한 후에, 22 g의 트라이에틸 포스포노아세테이트를 반응기에 충전한 다음 275℃로 가열하면서 압력을 점진적으로 1 토르 (131 N/m²)로 감소시켰다. 23℃에서 60/40 중량%의 페놀/o-다이클로로벤젠에서 측정할 때 중합체의 고유 점도가 0.52 dl/g이 될 때까지 축합 반응 부산물인 에틸렌 글리콜을 계속해서 제거하였다.

[0086] 시험 방법

[0087] 박리 강도 시험 방법 A: ISO/IEC 10373-1 표준

[0088] 시험할 필름의 양쪽 표면을 설포화된 폴리에스테르(쓰리엠 컴퍼니(3M Co.)로부터 입수가능한 WB-54)로 프라이밍(prime)한 다음, 각각 두께가 250 마이크로미터인 2개의 투명한 PVC 시트 사이에 약 70-80 마이크로미터 두께의 PVC 접착제(트랜실랩 컴퍼니, 인크.(Transilwrap Co., Inc.)로부터의 트랜실랩 (Transilwrap) 3/1 ZZ)를 사용하여 라미네이팅하였다. 생성된 시험 시편은 두께가 약 760 마이크로미터였다. 라미네이팅된 시편을 ISO/IEC 7810 표준에 따라 거래 카드 치수(54 mm × 80 mm)로 절단하였다. 그 후에, 거래 카드-크기의 시험 시편의 박리 강도를 ISO/IEC 10373-1 표준에 따라 시험하였다. 평균 박리 강도를 보고하였다. ISO/IEC 10373-1 표준에 따르면 0.34 N/mm (~2 lb/in) 이상의 박리 강도가 허용가능하다.

[0089] 박리 강도 시험 방법 B: 라미네이트 벤딩(Laminate Bending)

[0090] 시험할 다층 필름의 양쪽 표면을 설포화된 폴리에스테르(쓰리엠 컴퍼니로부터 입수가능한 WB-54)로 프라이밍한 다음, 각각 두께가 약 250 마이크로미터인 2개의 투명한 PVC 시트 사이에 약 70-80 마이크로미터 두께의 PVC 접착제(트랜실랩 컴퍼니, 인크.로부터의 트랜실랩 3/1 ZZ)를 사용하여 라미네이팅하였다. 생성된 라미네이팅된 시편은 두께가 약 850 마이크로미터인 5층 라미네이트 시트 구조체였다. 라미네이션을 위하여 카버 압축 성형기(Carver compression molder)를 사용하였다. 라미네이션 온도를 140℃로 설정하였다. 라미네이션 압력을 압

력 게이지로 4536 kg (10,000 lb)으로 설정하였다. 압력은 15분간 가하였다.

[0091] 라미네이팅된 시편을 폭 25.4 mm, 길이 150 mm의 스트립으로 절단하였다. 날카로운 면도날을 사용하여, PVC 시트를 통과하여 시편의 한쪽 면의 PVC 접착제 층을 절단하도록 그러나 다층 필름은 절단하지 않도록, 라미네이트 스트립 시편을 필름 평면에 수직하게 부드럽게 절단하였다. 이어서, 시편을 절단부를 따라 구부려서, PVC 접착제를 통해 절단이 진행되어 다층 필름이 노출되게 하였다. 이어서, 동일한 날카로운 면도날을 사용하여 매립된 다층 필름의 표면을 따라 부드럽게 움직이게 하여, 필름의 일부 층을 확실히 절단하여 통과하게 하였다. 어떠한 지점에서든 확실히 다른 쪽의 PVC 접착제까지 필름 전체를 절단하지 않도록 주의하였다. 이어서, 시편이 90°를 초과하는 각도로 구부러질 때까지 스트립을 절단부를 따라 구부려서, 다층 필름 내의 필름 평면을 따른 각각의 방향으로 크랙이 형성되는 것을 촉진하였다. 시편이 성공적으로 박리되면 다층 필름 일부가 진행된 각각의 크랙의 양면에 남아 있게 된다. 표면의 굴절률을 측정하여 모든 크랙 표면 상의 필름의 존재를 확인할 수 있다. 각 필름에 있어서, 10개의 스트립 시편을 시험하였다.

[0092] 박리 강도 수준을 정성적으로 4개의 카테고리, 즉 A, B, C 및 D로 분류하였다. 수준 D의 박리 강도는 시험 시편이 10회의 모든 반복 시험에서 다층 필름 내에서 파괴된 것으로 정의되었다. 수준 C의 박리 강도는 시험 시편이 10회의 반복 시험 중 3회 내지 9회 다층 필름 내에서 파괴된 것으로 정의되었다. 수준 B의 박리 강도는 시험 시편이 10회의 반복 시험 중 단지 1회 또는 2회 다층 필름 내에서 파괴된 것으로 정의되었다. 수준 A 박리 강도는 시험 시편이 10회의 반복 시험 중 어느 것에서도 파괴되지 않는 것으로 정의되었다.

[0093] 박리 강도 시험 방법 C: 90° 박리

[0094] 시험할 다층 필름을 폭 25.4 mm의 스트립 시편으로 절단하였다. 동일한 폭을 갖는 양면 접착 테이프(쓰리엠 컴퍼니로부터의 스카치(Scotch)(등록상표) 테이프 #396)를 사용하여 필름 스트립 시편을 유리 기관(약 50 mm × 150 mm)에 접착하였다. 접착 테이프를 전체 다층 필름 스트립 시편의 상부에 직접 분배하고, 또한 유리 기관의 중앙 부분에 접착하였다. 또한, 소정 길이의 테이프 스트립을, 추가 길이의 기관에 접착되는 테이프 스트립의 단부에, 접착되지 않고 매달린 채로 두어서 손으로 잡을 수 있게 하였다. 필름 스트립 시편이 너무 많이 박리되는 것을 방지하도록 엄지손가락을 필름 스트립 시편의 전방 에지(leading edge)로부터 0.635 cm (1/4 인치) 위치에 놓고서 테이프 스트립의 이러한 자유 단부를 재빨리 신속하게 당겨서 필름의 박리(층분리)를 개시하였다. 이어서, 박리-개시된 플라크(plaque)를 슬립/필 테스트어(인스트루멘터스 인크.(Instrumentors, Inc.))에 넣었다. 테이프 스트립에 접착된 필름 스트립 시편의 일부를 25°C 및 50% 상대 습도에서 90° 박리 각 및 2.54 cm/초로 기관으로부터 박리시켰다. 측정된 박리 강도의 오차는 전형적으로 20% 이하인 것으로 개산되었다.

[0095] 일부 시편에 있어서는 박리를 개시할 수 없었다. 필름 표면과 접착 테이프 사이의 접착성이 약 590 g/cm (1500 g/in)인 것으로 측정되었다. 그러므로, 박리할 수 없는 시험 시편은 박리 강도 값이 590 g/cm (1500 g/in)를 초과하는 것으로 간주되었다.

[0096] 수처리 시험

[0097] 다층 필름을 23°C에서 215시간 동안 물에 침지시켰다. 탁도 및 필름 일체성을 정성적으로 평가하였다. 일반적으로, 일체성이 우수한 필름이 광학 용도에 사용하기에 적합하다.

[0098] 투과율, 탁도, 및 투명도

[0099] 비와이케이-가너 유에스에이(BYK-Garner USA)로부터의 헤이즈가드(Hazeguard)(등록상표) 기기를 사용하여 다층 필름을 투과율 (T, %), 탁도 (H, %), 및 투명도 (C, %)에 대하여 시험하였다. 투과율 및 탁도를 ASTM D-1003에 따라 측정하였다. 투명도를 기기의 매뉴얼에 설명된 시험 방법에 따라 측정하였다.

[0100] 실시에 1-4

[0101] 실시예 2-4에서, 3층 ABA (스킨/코어/스킨) 피드블록을 사용하여 파일럿 압출 라인에서 3개의 층을 포함하는 공압출된 필름을 제조하였다. 층 A 중합체는 폴리에스테르 F였고, 단축 압출기에 의해서 피드블록의 스킨 채널로 공급되었다. 층 B 중합체는 폴리에스테르 J 및 폴리에스테르 K의 펠렛 블렌드였고, 2축 압출기에 의해서 피드블록의 코어 채널로 공급되었다. 실시예 2-4 각각에서, 폴리에스테르 J: 폴리에스테르 K의 비는 75:25, 50:50 및 25:75였다. 압출 동안 폴리에스테르가 에스테르 교환반응을 하기 때문에, 층 B 중의 소듐 설포아이스프탈산 또는 이의 에스테르의 몰 백분율은 실시예 2-4 각각에 대하여 대략 1.25, 2.5 및 3.75에 상당하였다. 스킨/코어/스킨의 공급비는 부피 기준으로 1:1:1이었다. 전체 압출 속도는 13.6 kg/hr (30 lb/hr)이었다. 압출물을

필름 다이로 냉각 롤 상에 주조하여 주조된 웨브를 제조하였다. 그 후에, 주조된 웨브의 시편을 KARO IV 배치 신장기(독일 지그스도르프 소재의 브루크너 마시넨게바우(Bruckner Maschinengebaur))에서 3.6×3.6 의 신장비로 140°C 에서 100%/초의 속도로 2축으로 신장시켰다. KARO IV에서든 후속적으로든 필름을 열경화하지 않았다. 실시예 1은 층 B 중의 소듐 설펜아이스프탈산 또는 이의 에스테르의 몰 백분율이 대략 0.25에 상당한다는 것을 제외하고는 상기에 설명한 바와 같이 제조한 필름이다. 이 필름의 박리 강도를 몰 백분율 대 박리 강도의 플롯으로부터 내삽하였다. 필름을 표 1에서 설명하고 결과를 표 2에 나타낸다.

[0102] 실시예 5-11 및 비교예 1-4 (C1-C4)

[0103] 예 5-11 및 C1-C4에 있어서, 표 1에 나타난 것과 같이 중합체를 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 2-4에 대하여 설명한 바와 같이 3개의 층을 포함하는 공압출된 필름을 제조하였다. 필름을 표 1에서 설명하고 결과를 표 2에 나타낸다.

[0104] 실시예 12 및 13 및 비교예 5 (C5)

[0105] 실시예 12 및 13과 C5에 있어서, 표 1에 나타난 것과 같이 중합체를 변화시키고, 2축으로 신장시키는 대신에 주조된 웨브의 시편을 배치식 신장기(batch stretching machine)에서 5.5의 신장비로 155°C 에서 100%/초의 속도로 측면을 구속하지 않고 둔 채로 1축으로 신장시킨 것을 제외하고는 실시예 2-4에 대하여 설명한 바와 같이 3개의 층을 포함하는 공압출된 필름을 제조하였다. 이 필름을 표 1에서 설명하고 결과를 표 2에 나타낸다.

표 1

예	층 A 폴리에스테르	층 B 폴리에스테르	SSIP(몰%)	
			층 A	층 B
1	F	J/K (95/5)	0	0.25
2	F	J/K (75/25)	0	1.25
3	F	J/K (50/50)	0	2.5
4	F	J/K (25/75)	0	3.75
5	F	K	0	5
6	B	J	2	0
7	B	J/K (70/30)	2	1.5
8	B	J/K (30/70)	2	3.5
9	B	K	2	5
10	B	L	2	10
11	B	M	2	15
12	B	N/J (85/15)	2	0
13	F	N/K (85/15)	0	0.75
C1	F	J	0	0
C2	A	J	0	0
C3	F	J/K	0	10
C4	F	J/K	0	15
C5	F	N/J (85/15)	0	0

[0106]

표 2

예	평균 박리 강도		수처리 시험
	시험 방법 C (g/cm)	시험 방법 A (N/mm)	
1	75	NM ²	투명, 우수한 일체성 ¹
2	87	NM	투명, 우수한 일체성
3	126	NM	투명, 우수한 일체성
4	>591	NM	투명, 우수한 일체성
5	71	3.7	투명, 우수한 일체성
6	>591	NM	NM
7	>591	NM	NM
8	>591	NM	NM
9	>591	NM	NM
10	>591	NM	NM
11	42	NM	NM
12	47	NM	NM
13	31	NM	NM
C1	31	0.17	투명, 우수한 일체성
C2	>591	NM	투명, 우수한 일체성
C3	75	NM	흐림/탁함, 부분적으로 평윤
C4	너무 취성임	NM	매우 탁함, 조각으로 나누어짐
C5	27	NM	NM

1) 물 % 대 박리 강도의 플롯으로부터 내삽됨
2) 측정되지 않음

[0107]

[0108]

비교예 6 및 7 (C6 및 C7)

[0109]

C6 및 C7에 있어서, 폴리에스테르 F 및 J의 교대층 450개를 포함하도록 다층 필름을 공압출한 다음, 길이 배향기 및 텐터를 갖춘 순차적인 종래의 필름 제조 라인에서 신장시켰다. 폴리에스테르 F를 2개의 별도의 압출기에 의해 90.7 kg/hr (200 lb/hr)의 전체 속도로 피드블록으로 전달하였고, 폴리에스테르 J를 제3 압출기에 의해 86.2 kg/hr (190 lb/hr)의 속도로 동일한 피드블록으로 전달하였다. 주조된 필름을 길이 배향기에서 약 3.5의 신장비로 기계 방향으로 신장시키고, 후속적으로 텐터에서 약 3.5의 신장비로 횡방향으로 신장시켰다. 텐터의 처음 2개의 구역에서 예열 및 신장한 후, 제3 및 제4 텐터 구역에서 표 4에 나타낸 온도에서 필름을 열경화하였다. 필름에 대한 설명 및 결과를 표 3 및 4에 나타낸다.

[0110]

실시예 14-16 및 비교예 8 (C8)

[0111]

중합체 및 열경화 온도를 표 3 및 4에 나타낸 바와 같이 변화시킨 점을 제외하고는, 비교예 6 및 7에 대하여 설명한 바와 같이 다층 필름을 공압출하고 신장시켰다. 필름에 대한 설명 및 결과를 표 3 및 4에 나타낸다.

[0112]

대조

[0113]

대조는 두께가 약 120 마이크로미터인 단층의 2축 신장된 PET 필름(쓰리엠 컴퍼니로부터의 스카치파르(SCOTCHPAR))이었다. 단층 PET 필름은 내부 층 계면이 없기 때문에, 이 시험의 결과는 이러한 시험 방법으로 탐지가능한 폴리에스테르 필름에 대한 박리 강도의 상한을 제공한다. 박리 강도가 PET 단층 필름과 동일한 다층 필름은 이 시험의 탐지 가능성 내에서 충분리되는 경향이 전혀 없다고 할 수 있다. 결과를 표 4에 요약한다.

표 3

예	층 A 폴리에스테르	층 B 폴리에스테르	SSIP(물%)		열경화 온도 (구역 3/구역 4) (℃/℃)
			층 A	층 B	
14	F	K	0	5	204/240
15	F	K	0	5	227/240
16	F	K	0	5	204/204
C6	F	J	0	0	204/240
C7	F	J	0	0	227/240
C8	F	K	0	5	176/176
대조	PET	---	0	---	--

[0114]

표 4

예	층 B SSIP (물%)	평균 박리 강도 ¹ (N/mm)	투과 율 (물%)	탁도 (%)	투명도 (%)	외관	환경 시험 ²
14	5.0	3.6	88	2	99.7	강함, 균일, 우수한 편평도	가시적인 변화 없음
15	5.0	3.7	88	2	99.7	강함, 균일, 우수한 편평도	가시적인 변화 없음
16	5.0	0.36	NM	NM	NM	강함, 균일, 우수한 편평도	가시적인 변화 없음
C6	0	0.36	NM ³	NM	NM	강하나 균일하지 않은 두께, 텐터에서 나올 때 분류함	가시적인 변화 없음
C7	0	2.6	88	2	99.7	강하나 균일하지 않은 두께, 텐터에서 나올 때 분류함	가시적인 변화 없음
C8	5.0	0.15	NM	NM	NM	깨지기 쉬우나 균일, 텐터에서 나올 때 우수한 편평도	가시적인 변화 없음
대조	--	4.0	NM	NM	NM	강함, 균일, 우수한 편평도	가시적인 변화 없음

1) 시험 방법 A

2) 65℃, 95% 상대 습도, 1000시간

3) 측정되지 않음

[0115]

[0116]

실시예 12a-e 및 비교예 C6a-e

[0117]

각각의 시편을 탄탄한 프레임(taut frame)에 탑재하고 표 5에 나타난 바와 같이 상이한 길이의 시간 동안 240℃에서 오븐 내에서 유지함으로써, 실시예 12에 대하여 설명한 다층 필름의 시편을 (필름이 제3 및 제4 텐터 구역에서 열경화된 후에) 오프 라인(off-line)으로 추가로 열경화하였다. C6에 대하여 설명된 다층 필름의 시편에 대하여 (필름이 제3 및 제4 텐터 구역에서 열경화된 후) 동일한 시험을 실시하였다. 생성된 시편을 시험하였고, 그 결과를 표 5에 요약한다.

표 5

예	층 B SSIP (볼%)	추가 열경화 시간 (초)	박리 강도 ¹
12a	5.0	0	B
12b	5.0	10	B
12c	5.0	20	B
12d	5.0	30	A
12e	5.0	40	A
C6a	0	0	D
C6b	0	10	D
C6c	0	20	D
C6d	0	30	D
C6e	0	40	D

1) 시험 방법 B

표 6에 나타난 바와 같이, 폴리에스테르 B는 구속받지 않는 단축 배향 후에 고도로 복굴절성이며 폴리에스테르 F의 복굴절성에 비견된다.

표 6

폴리에스테르	연신비	RI (기계 방향)	RI (횡방향)	RI (두께 방향)	복굴절률, ΔRI^1
F	1x5.5	1.831	1.572	1.570	0.26
B	1x5.5	1.826	1.572	1.571	0.26

1) RI (기계 방향) - RI (횡방향)

표 1에 나타난 예에 있어서, 각각의 층에 존재하는 소듐 이온의 양을 계산하였고, 결과를 표 7에 나타낸다. 둘 모두의 층이 소듐 이온을 가질 때, 예를 들어, 실시예 2, 6 및 7을 비교하면, 상승 효과가 관찰되었다.

표 7

예	층 A 폴리에스테르	층 B 폴리에스테르	Na ⁺ 농도(ppm)		평균 박리 강도, 시험 방법 C (g/cm)
			층 A	층 B	
1	F	J/K (95/5)	0	280	41 ¹
2	F	J/K (75/25)	0	1400	75
3	F	J/K (50/50)	0	2800	87
4	F	J/K (25/75)	0	4200	126
5	F	K	0	5650	591
6	B	J	1900	0	71
7	B	J/K (70/30)	1900	1400	591
8	B	J/K (30/70)	1900	3300	591
9	B	K	1900	5650	591
10	B	L	1900	1042	591
11	B	M	1900	1530	591
12	B	N/J (85/15)	1900	0	42
13	F	N/K (85/15)	0	720	47
C1	F	J	0	0	31
C2	A	J	0	0	31
C3	F	J/K	0	10	591
C4	F	J/K	0	15	너무 취성임
C5	F	N/J (85/15)	0	0	27

[0122]

[0123]

실시예 17

[0124]

다층 반사성 거울을 PEN(폴리에틸렌 나프탈레이트)을 포함하는 제1 광학층과, 폴리에스테르 0를 포함하는 제2 광학층으로 구성하였다. PEN 및 폴리에스테르 0를 다층 용융 매니폴드 및 멀티플라이어(multiplier)를 통해 공압출하여 825개의 교대하는 제1 및 제2 광학층을 형성하였다. 이 다층 필름은 제1 광학층과 동일한 PEN의 2개의 내부 및 2개의 외부 보호 경계층을 또한 포함하여 총 829개의 층이 된다. 또한, PEN의 2개의 외부 표피층을 광학층 스택의 양면 상으로 공압출하였다. 그 후에, 상기 구성물의 압출된 주조 웹을 텐터링 오븐(tentering oven) 내에서 45초 동안 150℃의 공기로 가열하고, 이어서 3.8×3.7의 연신비로 2축 배향시켰다. 그 후에, 생성된 50 마이크로미터 필름을 245℃에서 10초간 열경화하였고, 이 필름은 허용가능한 층간 접착성을 가졌다.

[0125]

실시예 18

[0126]

다층 반사성 거울을 PET(폴리에틸렌 테레프탈레이트)를 포함하는 제1 광학층과, 폴리에스테르 P를 포함하는 제2 광학층으로 구성하였다. PET 및 폴리에스테르 P를 다층 용융 매니폴드 및 멀티플라이어를 통하여 공압출하여 825개의 교대하는 제1 및 제2 광학층을 형성하였다. 이 다층 필름은 제1 광학층과 동일한 PET의 2개의 내부 및 2개의 외부 보호 경계층을 또한 포함하여 총 829개의 층이 된다. 또한, PET의 2개의 외부 표피층을 광학층 스택의 양면 상으로 공압출하였다. 그 후에, 상기 구성물의 압출된 주조 웹을 텐터링 오븐 내에서 45초 동안 95℃의 공기로 가열하고, 이어서 3.8×3.7의 연신비로 2축 배향시켰다. 그 후에, 생성된 50 마이크로미터 필름을 240℃에서 10초간 열경화하였고, 이 필름은 허용가능한 층간 접착성을 가졌다.

[0127]

실시예 19

[0128]

실시예 15로부터의 필름을 각각 두께가 250 마이크로미터인 2개의 투명한 PET 시트(쓰리엠 컴퍼니로부터의 스카치파르) 사이에 약 70-80 마이크로미터 두께의 PVC 접착제(트랜실랩 컴퍼니, 인크.로부터의 트랜실랩 3/1 ZZ)를 사용하여 라미네이팅하였다. 생성된 시험 시편은 두께가 약 760 마이크로미터였다. 라미네이팅된 시험편을 ISO/IEC 7810 표준에 따라 거래 카드 치수(54 mm × 80 mm)로 절단하였다. 그 후에, 거래 카드-크기의 시험 시편의 박리 강도를 ISO/IEC 10373-1 표준에 따라 시험하였다. 탁월한 박리 강도가 얻어졌다.

[0129]

본 발명의 다양한 변형 및 변경은 본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어남이 없이 당업자에게 명백하게 될 것이며, 본 발명이 본 명세서에 기재된 실시예 및 실시 형태들로 한정되지 않음을 이해하여야 한다.

도면

도면1

