

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200510065561.0

[51] Int. Cl.

C08L 1/02 (2006.01)

C08J 5/18 (2006.01)

B29C 55/00 (2006.01)

G02B 1/04 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 10 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 100422250C

[22] 申请日 2002.5.27

[21] 申请号 200510065561.0

分案原申请号 02121931.1

[30] 优先权

[32] 2001.5.30 [33] JP [31] 162126/2001

[32] 2001.9.26 [33] JP [31] 293650/2001

[73] 专利权人 柯尼卡美能达精密光学株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 田坂公志 梅田博纪 葛原宪康

矢岛孝敏

[56] 参考文献

JP11124445A 1999.5.11

CN1340723A 2002.3.20

CN1343314A 2002.4.3

JP2001100039A 2001.4.13

审查员 鄢来艳

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 王 杰

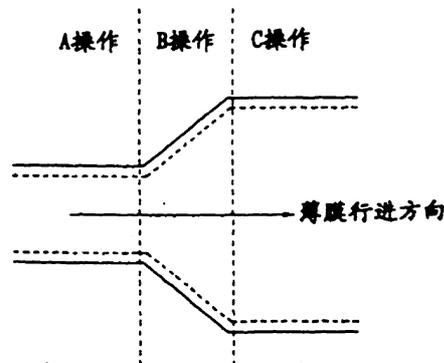
权利要求书 1 页 说明书 43 页 附图 1 页

[54] 发明名称

纤维素酯薄膜、其制造方法、相位差薄膜、光学补偿片、椭圆偏振片及显示装置

[57] 摘要

一种纤维素酯薄膜的制造方法，包括支持体上流延后的薄膜传送操作 D0、横向端部夹持操作 A、横向拉伸操作 B，拉伸开始时的残留溶剂量为 90wt% - 5wt%，且 R_t/R_0 调节到 0.8 - 3.5 的范围。利用上述方法制造的纤维素酯薄膜具有良好的光学特性，适合用于相位差薄膜、椭圆偏振片、光学补偿片及显示装置中。



1. 一种纤维素酯薄膜，其是在支持体上流延后剥离得到的，由总酰基取代度为 2.3~2.85，乙酰基取代度为 1.4~2.85 的纤维素酯制成，相对于流延方向的横向、纵向、膜厚方向的折射率分别为 N_x 、 N_y 、 N_z 时， $N_x > N_y > N_z$ ，并且 R_r/R_0 在 0.8-3.5 的范围内，其中 R_r 、 R_0 用下式表示，

$$R_0 = (N_x - N_y) \times d$$

$$R_r = ((N_x + N_y) / 2 - N_z) \times d$$

式中， N_x 是薄膜横向方向的折射率， N_y 是薄膜纵向方向的折射率， N_z 是薄膜膜厚方向的折射率， d 是薄膜的膜厚，其单位为 nm。

2. 权利要求 1 所述的纤维素酯薄膜，其中 R_0 为 30nm~75nm。

3. 权利要求 1 所述的纤维素酯薄膜，相对于流延方向的横向、纵向撕裂强度分别为 H_{td} 、 H_{md} 时， H_{td}/H_{md} 在 0.62~1.0 范围内。

4. 按照权利要求 1 的纤维素酯薄膜，其特征在于，取向角分布相对于流延方向在纵向的 $90^\circ \pm 1^\circ$ 的范围内。

5. 按照权利要求 1 的纤维素酯薄膜，其特征在于，横向膜厚的最大值、最小值、平均值分别为 R_{max} 、 R_{min} 、 R_{ave} 时， $(R_{max} - R_{min})/R_{ave}$ 在 0~8% 范围内。

6. 按照权利要求 1 的纤维素酯薄膜，其特征在于，薄膜平面内光程差 (R_0) 分布在 5% 以下。

7. 按照权利要求 1 的纤维素酯薄膜，其特征在于，膜厚方向光程差 (R_r) 分布在 10% 以下。

8. 一种相位差薄膜，其特征在于，该薄膜具有权利要求 1 的纤维素酯薄膜。

9. 一种光学补偿片，其特征在于，该片在权利要求 1 的纤维素酯薄膜上具有光学各向异性层。

10. 一种椭圆偏振片，其特征在于，该片具有权利要求 1 的纤维素酯薄膜。

11. 一种显示装置，其特征在于，该装置具有权利要求 10 的椭圆偏振片。

纤维素酯薄膜、其制造方法、相位差薄膜、 光学补偿片、椭圆偏振片及显示装置

技术领域

本发明涉及纤维素酯薄膜、其制造方法、相位差薄膜、光学补偿片、椭圆偏振片及显示装置。

背景技术

现在，个人电子计算机的多媒体化快速进展，在膝上型个人电子计算机方面，彩色显示也日益普遍。上述膝上型计算机和台式显示器中主要使用着 STN 液晶显示和 TFT 液晶显示。而最近液晶显示方面，在大型化的同时，显示质量极好的 TFT 液晶已成为主流，正在寻求视角特性的高度改善。

为此目的，作为 TFT 型液晶的显示方式，不仅现有的 TN 型，而且高电场方式 (IPS)、垂直取向方式 (VA) 等也有可能实用化。另一方面 TN 型 TFT 液晶由于制造成本低，属于偏振方式，具有光利用率高的特点。最近光学补偿片的出现，大力改善视角特性，应用日益普遍。

例如，视角补偿椭圆偏振片具有层状结构，作为典型例子是第 1 透明支持体 (通常为三乙酸纤维素酯薄膜)-偏振片-第 2 透明支持体 (通常为纤维素酯薄膜)-液晶性化合物的取向在特定方向固定化形成的光学各向异性层-具有光学双轴性的透明支持体 C (例如拉伸后的纤维素酯薄膜)，第 2 透明支持体上直接或间接形成光学各向异性层后，把具有光学双轴性的透明支持体 C 配置在上述光学各向异性层上。

而且，也能够提供一类含有光学各向异性化合物的光学各向异性层，该层在上述透明支持体 C 上使液晶性化合物的取向在特定方向固定化。

第 1 透明支持体、第 2 透明支持体各自使用一种用流延法制成的 $40\ \mu\text{m}$ — $80\ \mu\text{m}$ 膜厚的三乙酸纤维素酯薄膜，偏光镜使用掺碘的聚乙烯醇的拉伸片材，由上述第 1 透明支持体及第 2 透明支持体层合成为

偏光镜，形成偏振片。

借助摩擦等赋予取向能的支持体上涂布具有聚合性基团的液晶性化合物而设置光学各向异性层，例如用紫外线使之固化制成固定化层。具有光学双轴性的透明支持体，优选为 $40\ \mu\text{m}$ - $150\ \mu\text{m}$ 膜厚的拉伸的纤维素酯薄膜可以用作支持体。

从支持体的生产能力角度考虑，在进行连续生产的场合，横向拉伸后的纤维素酯薄膜优选用作本发明的具有光学双轴性的透明支持体。在此场合，借助使液晶性化合物取向在长的第2透明支持体的传送方向(纵向)，能辊对辊地直接贴合制成本发明的视角补偿椭圆偏光片。

作为横向拉伸方法，使用拉幅式的横向拉伸机的方法是通用的。在此方式中拉幅机的夹具按等间隔尺寸不变、仅横向拉伸，因而不发生分子的纵向取向，尺寸也不变。分子仅横向取向。其结果只有被拉伸部分厚度减小，膜厚方向光程差过分变大。纵向尺寸受到限制，故而分子的纵向取向也受到限制。因此在横向拉伸的作用下，与分子横向取向一起，膜厚方向的收缩力发挥作用，分子的平面取向增大，最后膜厚方向光程差(R_z)过分变大而出现问题。

除上述使用拉幅机的横向拉伸之外，也出现不希望有的纵向拉伸，与薄膜平面内光程差相比，膜厚方向的光程差出现过剩的问题。

作为液晶显示部件用薄膜，象物理均匀性一样，光学均匀性也被提升为非常重要的课题。由于薄膜平面内及膜厚方向光程差的不均匀性、薄膜光学滞后相轴分布(以下称取向角分布)的不均匀性，作为液晶显示组件组合时，成为导致“黑显示”的光泄漏的原因，实用中带来很大的缺陷。

发明内容

本发明的目的在于提供一种具有极好光学特性的纤维素酯薄膜、该薄膜的制造方法、含有该薄膜的相位差薄膜、椭圆偏振片、光学补偿片以及显示装置。

再者，提供作为物理上、光学上均一的纤维素酯薄膜的制备方法的提供、显示装置的部件适合的纤维素酯薄膜、及使用此薄膜的相位差片、

椭圆偏振片、光学补偿片以及使用其的显示装置。

本发明的上述目的借助下述构成(1)—(50)来达到。

(1) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 所述薄膜在横向、纵向、膜厚方向的折射率分别为 N_x 、 N_y 、 N_z 时, $N_x > N_y > N_z$, 薄膜平面内的光程差为 R_o (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm) 时, R_r/R_o 为 0.8—3.5, 所述纤维素酯薄膜的制造方法包括: 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的传送操作 D0、横向端部的夹持操作 A、横向拉伸操作 B, 拉伸开始时用通式(1)表示的薄膜残留溶剂量为 90wt%—5wt%。

(2) 按照(1)的纤维素酯薄膜的制造方法, 其特征在于上述操作 D0 中薄膜的传送张力在 30N/m—300N/m 范围内。

(3) 按照(2)的纤维素酯薄膜的制造方法, 其特征在于上述操作 D0 结束时用通式(2)表示的薄膜中的残留溶剂中的贫溶剂的含量(%)为 15wt%—95wt%。

(4) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作 B, 薄膜平面内的光程差为 R_o (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm) 时, R_r/R_o 为 0.8—3.5, 操作 B 开始时薄膜的残留溶剂量 $B_0\%$ 为 90wt%—10wt%, 该薄膜的温度为 30℃—140℃, 而操作 B 结束时的前述薄膜温度为 70℃—140℃, 并且操作 B 结束时薄膜的残留溶剂量为 $B_1\%$ 时, $B_0\%$ 和 $B_1\%$ 满足 $0.4 \times B_0 \leq B_1 \leq 0.8 \times B_0$ 的关系。

(5) 按照(4)的纤维素酯薄膜的制造方法, 其特征在于操作 B 结束时薄膜中的残留溶剂中的贫溶剂的含量(%)为 15wt%—95wt%。

(6) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作 B, 薄膜平面内的光程差为 R_o (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm) 时, R_r/R_o 为 0.8—3.5, 操作 B 开始时薄膜的残留溶剂量为 90wt%—10wt%, 该薄膜的温度为 30℃—130℃, 操作 B 结束时该薄膜的温度为 60℃—130℃, 且操作 B 结束时薄膜的残留溶剂量为 $B_1\%$ 、操作 B 开始时薄膜的残留溶剂量为 $B_0\%$ 时, $B_0\%$ 和 $B_1\%$ 满足 $0.8 \times B_0 \leq B_1 \leq 0.99 \times B_0$ 的关系。

(7) 按照(6)的纤维素酯薄膜的制造方法,其特征在于操作B结束时薄膜中的残留溶剂中贫溶剂的含量(%)为15wt%—95wt%。

(8) 一种纤维素酯薄膜的制造方法,该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作B,薄膜平面内的光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm)时, R_r/R_0 为0.8—3.5,操作B的薄膜周围气氛温度为110℃—140℃,且操作B结束时该薄膜的残留溶剂量为B3%、操作B开始时该薄膜的残留溶剂量为B2%时,B3%与B2%满足 $0.4 \times B2 \leq B3 \leq 0.8 \times B2$ 的关系。

(9) 按照(8)的纤维素酯薄膜的制造方法,其特征在于操作B结束时薄膜中的残留溶剂的贫溶剂的含量(%)为15wt%—95wt%。

(10) 一种纤维素酯薄膜的制造方法,该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作B,薄膜平面内的光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm)时, R_r/R_0 为0.8—3.5,操作B的薄膜周围气氛温度为30℃—130℃,且操作B结束时该薄膜的残留溶剂量为B1%、操作B开始时上述薄膜的残留溶剂量为B0%时,B1%和B0%满足 $0.8 \times B0 \leq B1 \leq 0.99 \times B0$ 的关系。

(11) 按照(10)的纤维素酯薄膜的制造方法,其特征在于操作B的薄膜中的残留溶剂的贫溶剂的含量(%)为15wt%—95wt%。

(12) 按照(1)—(11)中任一项的纤维素酯薄膜的制造方法,其特征在于操作B中的薄膜的、用通式(3)表示的横向拉伸速度为50%/min—500%/min。

(13) 一种纤维素酯薄膜的制造方法,该方法包括支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的夹持操作A、横向拉伸操作B、夹持松弛操作C,薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm)时, R_r/R_0 为0.8—3.5,操作A、B的周围气氛中良溶剂浓度在2000ppm以上、低于饱和蒸气量。

(14) 一种纤维素酯薄膜的制造方法,该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作B,薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm)时, R_r/R_0 为0.8—3.5,操作B的薄膜横向拉

伸比为 1.1—2.5。

(15) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作 B、夹持松弛操作 C、还有干燥操作 D1，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，操作 B 结束时及操作 D1 开始时薄膜纵向弹性系数分别为 DB、DD1 时，在 $DB < DD1$ 条件下进行干燥。

(16) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向拉伸操作 B，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，操作 B 开始前用纵切机将薄膜端部切除。

(17) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜的横向夹持操作 A、拉伸操作 B、夹持松弛操作 C，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，在操作 A，B，C 之间设置中性区。

(18) 按照(1) —(16) 中任一项的纤维素酯薄膜的制造方法，该方法包括经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向夹持操作 A、拉伸操作 B、夹持松弛操作 C，在操作 A、B、C 之间具有中性区。

(19) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，其中，经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，横向撕裂强度、纵向撕裂强度分别为 Htd、Hmd 时，Htd/Hmd 调节到 0.62—1.0。

(20) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，其中，经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，60℃、90% RH 下处理 24 小时前后的横向尺寸变化率、纵向尺寸变化率分别为 Std%、Smd% 时，Std 在 -0.4~0.4% 范围，且 Smd 调节到 -0.4~0.4% 范围。

(21) 一种纤维素酯薄膜的制造方法，其中，经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸，薄膜平面内光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时， R_r/R_0 为 0.8—3.5，流延时增塑剂含量为 G1、D1 结束

后增塑剂的含量为 G2 时, G2/G1 调节到 0.9—1.0。

(22) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 其中, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸, 薄膜平面内光程差为 $R_0(\text{nm})$ 、膜厚方向光程差为 $R_r(\text{nm})$ 时, R_r/R_0 为 0.8—3.5, 横向膜厚的最大值、最小值、平均值分别为 R_{max} 、 R_{min} 、 R_{ave} 时, 用通式(4)表示的膜厚分布调节到 0—8%。

(23) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 其中, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸, 薄膜平面内光程差为 $R_0(\text{nm})$ 、膜厚方向光程差为 $R_r(\text{nm})$ 时, R_r/R_0 为 0.8—3.5, 取向角分布调节到相对于纵向的 $90^\circ \pm 1^\circ$ 。

(24) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 其中, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸, 薄膜平面内光程差为 $R_0(\text{nm})$ 、膜厚方向光程差为 $R_r(\text{nm})$ 时, R_r/R_0 为 0.8—3.5, 薄膜平面内方向光程差(R_0)的分布调节到 5%以下。

(25) 一种纤维素酯薄膜的制造方法, 其中, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸, 薄膜平面内光程差为 $R_0(\text{nm})$ 、膜厚方向光程差为 $R_r(\text{nm})$ 时, R_r/R_0 为 0.8—3.5, 薄膜膜厚方向的光程差(R_r)的分布调节到 10%以下。

(26) 按照(1)—(25)中任一项的纤维素酯薄膜的制造方法, 其中, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜横向拉伸, 雾度值调节到 0—2%。

(27) 按照(1)—(26)中任一项的纤维素酯薄膜的制造方法, 其特征在于, 纤维素酯薄膜的总取代度为 2.3—2.85, 乙酰基取代度为 1.4—2.85。

(28) 一种纤维素酯薄膜, 其特征在于, 该薄膜是用(1)—(27)中任一项的纤维素酯薄膜的制造方法制得的。

(29) 一种相位差薄膜, 其特征在于, 该薄膜包含(28)的纤维素酯薄膜。

(30) 一种光学补偿片, 其特征在于, 该片包含(28)的纤维素酯薄膜上的光学各向异性层。

(31) 一种光学补偿片, 其特征在于, 该片包含由(1)–(27)中任一项的纤维素酯薄膜制造方法制得的纤维素酯薄膜流延时接触支持体的面上的光学各向异性层。

(32) 一种椭圆偏振片, 其特征在于该片包含(28)的纤维素酯薄膜。

(33) 一种显示装置, 其特征在于该装置包含(32)的椭圆偏振片。

(34) 一种纤维素酯薄膜, 其特征在于, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜对流延方向的横向、纵向撕裂强度分别为 H_{td} 、 H_{md} 时, H_{td}/H_{md} 在 0.62–1.0 范围内。

(35) 按照(34)的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜对流延方向的横向、纵向、膜厚方向的折射率分别为 N_x 、 N_y 、 N_z 时, $N_x > N_y > N_z$ 。

(36) 按照(34)或(35)的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 薄膜平面内光程差为 R_o (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm) 时, R_r/R_o 在 0.8–3.5 范围内。

(37) 按照(34)–(36)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 纤维素酯的总取代度为 2.3–2.85, 乙酰基取代度为 1.4–2.85。

(38) 按照(34)–(37)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 取向角分布相对于流延方向在纵向的 $90^\circ \pm 1^\circ$ 的范围内。

(39) 按照(34)–(38)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 相对于流延方向的横向膜厚的最大值、最小值、平均值分别为 R_{max} 、 R_{min} 、 R_{ave} 时, $(R_{max}-R_{min})/R_{ave}$ 在 0–8% 范围内。

(40) 按照(34)–(39)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 薄膜平面内光程差(R_o)分布在 5% 以下。

(41) 按照(34)–(40)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于膜厚方向光程差(R_r)分布在 10% 以下。

(42) 一种纤维素酯薄膜, 其特征在于, 经支持体上流延、剥离后的纤维素酯薄膜, 在 80°C 、90%RH 处理 100 小时后, 对流延方向的横向尺寸变化率、纵向尺寸变化率分别为 $Std\%$ 、 $Smd\%$ 时, Std 为 $-0.4\% \sim 0.4\%$, Smd 为 $-0.4\% \sim 0.4\%$ 。

(43) 按照(42)的纤维素酯薄膜, 其特征在于, 对流延方向的横向、

纵向、膜厚方向的折射率分别为 N_x 、 N_y 、 N_z 时, $N_x > N_y > N_z$ 。

(44) 按照(42)或(43)的纤维素酯薄膜, 其特征在于薄膜平面内光程差为 R_o (nm)、膜厚方向光程差为 R_r (nm)时, R_r/R_o 在 0.8—3.5 范围内。

(45) 按照(42)—(44)中任一项的纤维素酯薄膜, 其特征在于纤维素酯的总取代度为 2.3—2.85, 乙酰基取代度为 1.4—2.85。

(46) 按照(42)—(45)中任一项的纤维素酯薄膜、其特征在于, 取向角分布相对于流延方向在纵向的 $90^\circ \pm 1^\circ$ 的范围内。

(47) 一种相位差薄膜, 其特征在于, 该薄膜包含(34)—(46)中任一项的纤维素酯薄膜。

(48) 一种光学补偿片, 其特征在于, 该片包含(34)—(46)中任一项的纤维素酯薄膜上的光学各向异性层。

(49) 一种椭圆偏振片, 其特征在于, 该片包含(34)—(46)中任一项的纤维素酯薄膜。

(50) 一种显示装置, 其特征在于, 该装置包含(49)的椭圆偏振片。

附图说明

图 1 说明拉伸操作中的拉伸角度。

图 2 本发明所用的拉幅操作一例。

具体实施方式

以下, 对本发明进行详细说明。

就本发明纤维素酯薄膜的制造方法进行说明。

作为本发明纤维素酯薄膜的制造方法, 把溶解纤维素酯制的涂布漆在支持体(不锈钢带等)上流延、制膜, 把所得薄膜从支持体剥离, 其后, 横向施加张力进行拉伸, 使其一边通过干燥区一边干燥。就本发明的这种溶液流延制膜法说明如下。

《溶液流延制膜方法》

(a) 溶解操作:

涂布漆的形成操作: 在溶解釜中一边搅拌一边把纤维素酯、添加剂溶解于有机溶剂(主要是纤维素酯的良溶剂)中, 该纤维素酯可以是片状、粉状或粒状(平均粒径优选在 $100 \mu\text{m}$ 以上)。溶解的方法有: 常压法、良

溶剂的沸点以下法、良溶剂的沸点以上加压法、冷却溶解法、高压法等。溶解后涂布漆用过滤材料过滤，进行脱泡，泵送到下一个操作。

上述的涂布漆是纤维素酯和下述的添加剂溶解于有机溶剂后形成的溶液。

(纤维素酯)

本发明中，对用作纤维素酯原料的纤维素没有特别限制，可举出棉绒、木浆、洋麻(kenaf)等。再者，所得的纤维素酯可分别以任意比例混合使用。

本发明的纤维素酯，在纤维素原料的酰化剂为酸酐(乙酸酐、丙酸酐、丁酸酐)的场合，则用乙酸那样的有机酸或二氯甲烷等有机溶剂、硫酸等质子性催化剂进行反应。在酰化剂为酰基氯(CH_3COCl 、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{COCl}$ 、 $\text{C}_3\text{H}_7\text{COCl}$)的场合，则用胺等碱性化合物作为催化剂进行反应。详情可参照特开平10-45804公开的方法进行合成。纤维素酯的酰基与纤维素分子的羟基起反应。纤维素分子由许多个葡萄糖单元连接而成，葡萄糖单元中有三个羟基，这三个羟基上导入的酰基数叫做取代度。例如，三乙酸纤维素酯就是葡萄糖单元的三个羟基全部与乙酰基结合。

优选用于本发明的纤维素酯有：乙酸丙酸纤维素、乙酸丁酸纤维素、或者乙酸丙酸丁酸纤维素那样的除乙酰基之外与丙酸酯基或丁酸酯基结合的纤维素酯。还有，丁酸酯除正丁酸酯之外也包含异丁酸酯。丙酸酯基取代度高的乙酸丙酸纤维素的特点是耐水性极好。

对可用于本发明的纤维素酯薄膜的纤维素酯没有特别限制，优选的是能够同时满足下列式(I)及式(II)的纤维素酯。

$$(I) \quad 2.3 \leq X+Y \leq 2.85$$

$$(II) \quad 1.4 \leq X \leq 2.85$$

式中，X为乙酰基的取代度，Y为丙酰基和/或丁酰基的取代度。满足上述两个式子的纤维素酯适于制造符合本发明的目的、显示极好光学特性的纤维素酯薄膜，耐热性极好，作为相位差薄膜，其波长分散性为正值，得到良好的光程差。从制得薄膜在宽侧拉伸时光学特性均匀，特别是光程差分布均匀的观点看，优选的是 $2.5 \leq X+Y \leq 2.8$ ，更优选的是

$2.6 \leq X+Y \leq 2.75$ 。

酰基取代度的测定可按照 ASTM-D817-96 的方法进行。

优选本发明中所用的纤维素酯的数均分子量在 60,000—300,000 范围，所得薄膜的机械强度合乎要求，更优选的是在 70,000—200,000 范围。

纤维素酯的数均分子量可测定如下。

在下述条件下通过高效液相色谱进行测定。

溶剂：丙酮 流量：1.0ml/分

色谱柱：MPW×1(东曹公司) 温度：23℃

试样浓度：0.2(wt/vol)% 试样注入量：300 μl

标准试样：聚甲基丙烯酸甲酯(重均分子量 $M_w=188,200$)

(有机溶剂)

能够溶解纤维素酯形成涂布漆的有机溶剂有氯系有机溶剂和非氯系有机溶剂。氯系有机溶剂可以举出二氯甲烷，适于溶解纤维素酯特别是三乙酸纤维素酯。近来正从环境问题角度来调查研究非氯系有机溶剂的使用。作为非氯系有机溶剂可以举出：乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸戊酯、丙酮、四氢呋喃、1,3-二氧戊环、1,4-二噁烷、环己酮、甲酸乙酯、2,2,2-三氟乙醇、2,2,3,3-四氟-1-丙醇、1,3-二氟-2-丙醇、1,1,1,3,3,3-六氟-2-甲基-2-丙醇、1,1,1,3,3,3-六氟-2-丙醇、2,2,3,3,3-五氟-1-丙醇、硝基乙烷等。在用此等有机溶剂溶解三乙酸纤维素酯的场合，可用常温溶解法，但优选用高温、冷却、高压等溶解法，因为不溶物很少。对除三乙酸纤维素酯之外的纤维素酯可使用二氯甲烷，优选使用乙酸甲酯、乙酸乙酯、丙酮。特别优选乙酸甲酯。本发明中，对上述纤维素酯有良好溶解性的有机溶剂叫做良溶剂，而显示主要的溶解作用、其中大量使用的有机溶剂叫做主有机溶剂或主要有机溶剂。

在本发明所用的涂布漆中，除上述有机溶剂之外，优选含有 1wt%—40wt%的 C_{1-4} 的醇类。涂布漆流延到金属支持体上以后，溶剂开始蒸发，该醇类的比例大时，料片胶凝化、变结实而易从金属支持体上剥离，所以该醇类起到胶凝化溶剂的作用；当该醇类的比例小时，也起到非氯系

有机溶剂对纤维素酯的溶解促进作用。C₁₋₄醇类的例子可举出：甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、仲丁醇、叔丁醇等。其中从涂布漆的稳定性高、沸点较低、干燥性也好而且无毒等角度考虑乙醇是合乎要求的。由于此等有机溶剂单独使用时对纤维素酯的溶解性不足，所以属于贫溶剂的范畴。在本发明中，除上述良溶剂之外的有机溶剂合在一起叫做贫溶剂。

在本发明中，所谓良溶剂，是指 25℃ 下的 100g 溶剂中溶解 5g 以上的纤维素酯的溶剂。所谓贫溶剂，是指 25℃ 下的 100g 溶剂中不能溶解 5g 以上的纤维素酯的溶剂。

从提高薄膜表面品质角度考虑，把涂布漆中的纤维素酯浓度调节到 15wt%—40wt%，涂布漆粘度调节到 10Pa·s—50Pa·s 范围是合乎需要的。

本发明中所用的涂布漆中也可采用下述各种材料。

(添加剂)

在涂布漆中也可添加增塑剂、抗紫外线剂、抗氧化剂、染料、消光剂等。此等化合物既可当纤维素酯溶液制备之际与纤维素酯或溶剂一起添加，也可在溶液制备中或制备后添加。优选添加那些在液晶画面显示装置用途中赋予耐热耐湿性的增塑剂、抗氧化剂和抗紫外线剂等。

(增塑剂)

优选向本发明所用的涂布漆中添加作为增塑剂已知的化合物，例如磷酸酯、羧酸酯，以提高机械性能、赋予柔软性和耐吸水性、降低透湿性、调节光程差。还有，也可优选使用公开在特愿 2001-198450 中由重均分子量为 500—10,000 的烯属不饱和单体聚合而得的聚合物、丙烯酸聚合物、侧链上有芳环的丙烯酸聚合物，或侧链上有环己基的丙烯酸聚合物等。作为磷酸酯的例子可以举出磷酸三苯酯、磷酸三甲苯酯、苯基磷酸二苯酯等。作为羧酸酯的例子可以举出邻苯二甲酸酯和柠檬酸酯等。作为邻苯二甲酸酯的例子可以举出邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二辛酯及邻苯二甲酸二乙基己酯，作为柠檬酸酯的例子可以举出乙酰柠檬酸三乙酯及乙酰柠檬酸三丁酯。此外还可以举出油酸丁酯、乙酰蓖麻油酸甲酯、癸二酸二丁酯、甘油三乙酸酯等。烷基邻苯

二甲酰乙醇酸烷基酯也可优选用于这一目的。烷基邻苯二甲酰乙醇酸烷基酯中的烷基是 C_{1-8} 烷基。作为烷基邻苯二甲酰乙醇酸烷基酯的例子可以举出：甲基邻苯二甲酰乙醇酸甲酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯、丙基邻苯二甲酰乙醇酸丙酯、丁基邻苯二甲酰乙醇酸丁酯、辛基邻苯二甲酰乙醇酸辛酯、甲基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸甲酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸丙酯、丙基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯、甲基邻苯二甲酰乙醇酸丙酯、甲基邻苯二甲酰乙醇酸丁酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸丁酯、丁基邻苯二甲酰乙醇酸甲酯、丁基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯、丙基邻苯二甲酰乙醇酸丁酯、丁基邻苯二甲酰乙醇酸丙酯、甲基邻苯二甲酰乙醇酸辛酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸辛酯、辛基邻苯二甲酰乙醇酸甲酯、辛基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯等，优选的是甲基邻苯二甲酰乙醇酸甲酯、乙基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯、丙基邻苯二甲酰乙醇酸丙酯、丁基邻苯二甲酰乙醇酸丁酯、辛基邻苯二甲酰乙醇酸辛酯，特别优选的是乙基邻苯二甲酰乙醇酸乙酯。还有，此等烷基邻苯二甲酰乙醇酸烷基酯也可两种以上混合使用。

从目的、作用的体现及抑制从薄膜渗出的角度考虑，此等化合物的添加量，以纤维素酯计，优选为1wt%—20wt%。还有，由于拉伸及干燥期间的加热温度要提高到约200℃，为了抑制增塑剂的渗出，200℃的蒸气压在1333Pa以下的是合乎要求的。

《紫外线吸收剂》

本发明中所用的紫外线吸收剂的例子可以举出：羟基二苯甲酮系化合物、苯并三唑系化合物、水杨酸酯系化合物、二苯甲酮系化合物、氰基丙烯酸酯系化合物、镍配合物系化合物等，优选的是着色少的苯并三唑系化合物。还有，也可优选使用特开平10-182621、特开平8-337574中公开的紫外线吸收剂、特开平6-148430中公开的高分子紫外线吸收剂。优选的紫外线吸收剂，从防止偏振片和液晶劣化角度考虑，对波长370nm以下紫外线的吸收性能极好，而且从液晶显示性角度考虑，很少吸收波长400nm以上的可见光。

适用于本发明的苯并三唑系紫外线吸收剂的例子可以举出：2-(2'-

羟基-5'-甲基苯基)苯并三唑、2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)苯并三唑、2-(2'-羟基-3'-叔丁基-5'-甲基苯基)苯并三唑、2-(2'-羟基-3',5'-二叔丁基苯基)-5-氯苯并三唑、2-(2'-羟基-3'-(3'',4'',5'',6''-四氢邻苯二甲酰亚氨基甲基)-5'-甲基苯基)苯并三唑、2,2-亚甲基双(4-(1,1,3,3-四甲基丁基)-6-(2H-苯并三唑-2-基)苯酚)、2-(2'-羟基-3'-叔丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑、2-(2H-苯并三唑-2-基)-6-(直链及侧链十二烷基)-4-甲基苯酚、辛基-3-[3-叔丁基-4-羟基-5-(氯-2H-苯并三唑-2-基)苯基]丙酸酯和2-乙基己基-3-[3-叔丁基-4-羟基-5-(5-氯-2H-苯并三唑-2-基)苯基]丙酸酯的混合物等,但并不限于这些化合物。还有,也可优选使用Ciba Speciality Chemicals公司制的商品TINUVIN 109、TINUVIN 171、TINUVIN 326。

作为二苯甲酮系化合物的例子可以举出2,4-二羟基二苯甲酮、2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羟基-4-甲氧基-5-磺基二苯甲酮、双(2-甲氧基-4-羟基-5-苯甲酰基苯基甲烷)等,但并不限于这些化合物。

优选的适用于本发明的紫外线吸收剂是透明性高、有效防止偏振片和液晶元件劣化的苯并三唑系紫外线吸收剂和二苯甲酮系紫外线吸收剂,特别优选的是不期望的着色更少的苯并三唑系紫外线吸收剂。向涂布漆中添加紫外线吸收剂的方法,只要使紫外线吸收剂溶解在涂布漆中的方法均可使用,没有限制。优选的方法是:把本发明的紫外线吸收剂溶解在前述纤维素酯的良溶剂(二氯甲烷、乙酸甲酯、二氧戊环等)、或溶解在良溶剂与贫溶剂(低级脂肪醇:甲醇、乙醇、丙醇、丁醇等)的混合有机溶剂中形成紫外线吸收剂溶液,再配混到纤维素酯溶液中制成涂布漆。在此场合尽可能优选的是,使涂布漆的溶剂组成与紫外线吸收剂溶液的溶剂组成相同或接近。紫外线吸收剂的含量是0.01wt%—5wt%,优选是0.5wt%—3wt%。

(抗氧化剂)

优选的抗氧化剂可用受阻酚系化合物。具体例子可以举出:2,6-二叔丁基-p-甲酚、季戊四醇-四[3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酸酯]、三甘醇-双[3-(3-叔丁基-5-甲基-4-羟苯基)丙酸酯]、1,6-己二醇-双

[3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酸酯]、2,4-双(正辛硫基)-6-(4-羟基-3,5-二叔丁基苯胺基)-1,3,5-三嗪、2,2-硫代-二亚乙基-双[3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酸酯]、十八烷基-3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酸酯、N,N'-亚己基-双(3,5-二叔丁基-4-羟基-氢化肉桂酰胺)、1,3,5-三甲基-2,4,6-三(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)苯、三(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)-异氰脲酸酯等。特别优选的是2,6-二叔丁基-p-甲酚、季戊四醇-四[3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酸酯]、三甘醇-双[3-(3-叔丁基-5-甲基-4-羟苯基)丙酸酯]。还有,这些抗氧化剂也可与下列减活化剂、稳定剂并用:如N,N'-双[3-(3,5-二叔丁基-4-羟苯基)丙酰]肼等肼系金属减活化剂或三(2,4-二叔丁基苯基)磷酸酯等磷系加工稳定剂。这些化合物的添加量,以纤维素酯的重量比例计,优选为1ppm—1.0%,更优选为10ppm—1000ppm。

(消光剂)

在本发明中,使纤维素酯薄膜中含消光剂,就能不费力地进行传送和卷取。优选的消光剂是尽量细微的粒子。细微粒子的例子可以举出二氧化硅、二氧化钛、氧化铝、氧化锆、碳酸钙、高岭土、滑石、烧制硅酸钙、水合硅酸钙、硅酸铝、硅酸镁、磷酸钙等无机细微粒子和交联高分子微粒。其中,二氧化硅由于能够降低薄膜的雾度,所以是优选的。

二氧化硅粒子常用有机化合物表面处理,这样能降低薄膜的雾度,所以是优选的。

优选的表面处理用有机化合物可以举出卤硅烷类、烷氧基硅烷类、硅氮烷、硅氧烷等。微粒的平均粒径越大,滑爽作用越大,反之平均粒径越小,透明性越好。微粒的二次粒子平均粒径优选为 $0.05\mu\text{m}$ — $1.0\mu\text{m}$,而微粒的初级粒子平均粒径优选为 5nm — 50nm ,更优选为 7nm — 14nm 。此等微粒优选用于在纤维素酯薄膜中使薄膜表面上生成 $0.01\mu\text{m}$ — $1.0\mu\text{m}$ 的凹凸。微粒在纤维素酯中的含量,以纤维素酯计,优选为 $0.005\text{wt}\%$ — $0.3\text{wt}\%$ 。

作为二氧化硅的微粒可以举出日本AEROSIL公司制的Aerosil 200、200V、300、R972、R972V、R974、R202、R812、OX50、TT600等,优选的

是 Aerosil 200V、R972、R972V、R974、R202、R812。此等微粒也可两种以上并用。两种以上并用时，可以以任意比例混合使用。在此场合也可以使用平均粒径或材质不同的微粒，例如 Aerosil 200V 和 R972V 能够在 0.1 : 99.9—99.9 : 0.1 的范围内使用。

在取向层或液晶层的涂布、设置场合，在消光剂的凹凸妨碍取向的情况下，可以只让一侧表面层含有消光剂。或者涂布、设置一种含有此等消光剂和纤维素酯(二乙酰基纤维素、乙酸丙酸纤维素等)的涂布液，也能降低摩擦系数，改善润滑性。

(其它添加剂)

此外，也可添加高岭土、滑石、硅藻土、石英、碳酸钙、硫酸钡、氧化钛、氧化铝等无机微粒，Ca、Mg 等碱土金属盐等热稳定剂。而且有时也添加抗静电剂、阻燃剂、滑爽剂、油剂等。

(b) 流延操作：

是涂布漆通过加压式定量齿轮泵向加压模头送液，涂布漆由加压模头向金属支持体上的流延位置流延的操作。该金属支持体是不断传送的环形金属带(例如不锈钢带)，或是旋转的金属转鼓等。金属支持体表面形成光滑的镜面。其它流延方法有用刮板调节流延的涂布漆膜厚度的刮刀法，或用反向旋转辊筒调节的反向辊涂法等，而优选的是用加压模头，它能将喷嘴部分制成缝形，从而使膜厚均匀。加压模头有衣架形模头和 T 模头等，都是适用的。为提高制膜速度，也可在金属支持体上设 2 个以上的加压模头，分割涂布漆量，数层薄膜堆叠。

(c) 溶剂蒸发操作：

涂布漆流延到金属支持体上后形成的漆膜叫做料片。料片在金属支持体上受热，蒸发溶剂直到能从金属支持体上剥离为止的操作就是溶剂蒸发操作。蒸发溶剂的方法有料片侧吹风法和/或金属支持体内面的液体传热法、辐射热由表及里的传热法等。从干燥效率看，优选的是内面的液体传热法。而且上述各法的组合也是合乎需要的。

为提高制膜速度，提高金属支持体上料片温度是有效的方法。但过量供热会导致料片内部溶剂发泡，所以要根据料片的组成规定优选的干

燥速度。还有，为提高制膜速度，优选采用在带状金属支持体上流延的方法。用带状支持体流延的场合，借助加长带的长度，就能提高流延速度。但是带的延长，会助长其因“自重”而弯曲。制膜之际此弯曲引起振动，使流延时薄膜厚度不均匀。为此带的长度优选为40m—120m。

(d) 剥离操作：

使溶剂蒸发后的料片在剥离位置从金属支持体上剥离的操作。剥离下来的料片送到下一操作。料片在剥离时的残留溶剂量过高时，难以剥离，相反料片在金属支持体上充分干燥后进行剥离时，在中途就有局部剥离。

作为提高制膜速度的方法，有一种凝胶流延法。此法是在残留溶剂量尽可能多时进行剥离，就能提高制膜速度。

其做法有：向涂布漆中添加纤维素酯的贫溶剂，在涂布漆流延后凝胶化的方法，以及降低金属支持体温度的凝胶化方法等。借助使在金属支持体上凝胶化、保持剥离时薄膜的高强度状态，就能够加速剥离，提高制膜速度。

在本发明中，优选的是把该金属支持体上剥离位置的温度调到10℃—40℃，更优选的是调到15℃—30℃。还有，剥离位置料片的残留溶剂量优选为5wt%—120wt%。就本发明而言，残留溶剂量可用通式(1)表示。

在带状支持体上制膜的场合，提高速度会助长上述带的振动。从剥离时的残留溶剂量及带长等角度考虑，制膜速度优选为10m/min—120m/min，更优选为15m/min—60m/min。

在本发明中，整幅料片的残留溶剂量有的叫做平均残留溶剂量或中央部位的残留溶剂量，也有的象称为料片两端部位的残留溶剂量那样的称为局部残留溶剂量。

(e) 干燥操作：

剥离后，通常使料片轮流通过锯齿状配置的辊筒，利用传送干燥装置和/或用夹具夹住料片两端的传送拉幅装置对料片进行干燥。干燥手段通常是料片两面热鼓风，也可微波烘烤加热。过激的干燥结果容易损伤薄膜的平坦度。通过全体，通常的干燥温度在30—250℃范围。干燥温度、

干燥风量及干燥时间因所用溶剂而异，应当随所用溶剂的种类、组合的不同选择合适的干燥条件。

在本发明中，所谓D0操作是表示流延形成的薄膜剥离后传送到拉幅部分的操作。在D0操作中，以调控拉伸时的薄膜残留溶剂量为目的，优选调控温度。虽也依操作D0中的薄膜残留溶剂量而定，但以调控沿传送方向(以下称纵向)难以发生拉伸的残留溶剂量为目的，温度优选为20℃—70℃，更优选为20℃—68℃，特别优选为20℃—40℃。

在操作D0中，薄膜平面内的垂直于薄膜传送方向(以下称横向)的薄膜周围气氛温度分布有限，这从提高薄膜均匀性的角度考虑，存在一个优选的范围。操作D0中的温度分布，优选在±5℃以内，更优选在±2℃以内，最优选在±1℃以内。

操作D0中的薄膜传送张力，从来自支持体的剥离条件及D0操作中防止传送方向的拉伸角度考虑，存在着如下所述的优选条件。

(操作D0中的薄膜传送张力)

操作D0中的薄膜传送张力，受到涂布漆物性、剥离时和D0操作中的残留溶剂量、操作D0中的温度等的影响，优选为30N/m—300N/m，更优选为57N/m—284N/m，特别优选是57N/m—170N/m。

为了防止操作D0中沿传送方向的薄膜的拉伸，设置张力截止辊是理想的。

操作D0中良溶剂与贫溶剂的比率，就防止相对薄膜传送的拉伸来讲，规定优选范围。操作D0终点的贫溶剂重量/(良溶剂重量+贫溶剂重量)×100(%)，优选的是95wt%—15wt%，更优选的是95wt%—25wt%，特别优选的是95wt%—30wt%。

(f)拉伸操作(也叫拉幅操作)

对本发明的拉伸操作(也叫拉幅操作)参照图2进行说明。

图2的操作A，是把从薄膜传送操作D0(未示出)传送来的薄膜夹紧的操作，在随后的操作B中，按如图1所示的拉伸角度对薄膜进行横向(与薄膜移动方向垂直的方向)拉伸，在操作C中，拉伸结束，薄膜的夹持得到松弛。

优选从薄膜剥离后到操作B开始前和/或操作C之后紧接着设有将薄膜横向端部切掉的纵切机。特别是优选在操作A就要开始之前设有将薄膜端部切掉的纵切机。进行同一个横向拉伸之际，特别在操作B开始前裁去薄膜端部的场合与未裁薄膜端部的条件相比，前者的取向角分布得到更大的改善。

这可以认为是，在残留溶剂量较大的剥离到横向拉伸操作B之间抑制了不希望有的纵向拉伸的结果。

在拉幅操作中，为改善取向角分布，优选的是故意形成不同温度的区段。而且，优选在不同温度区段之间设置中性区，以免引起干扰。

(操作B中拉伸开始时的残留溶剂量)

在权利要求1的制造方法中，在薄膜面内的光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm)时， R_r/R_0 必须调节到0.8—3.5的范围，为获得上述范围的数值，操作B开始时的残留溶剂量必须调节到90wt%—5wt%，优选40wt%—10wt%，最优选35wt%—10wt%。

在权利要求4和6的制造方法中，上述操作B中，在薄膜面内的光程差为 R_0 (nm)、膜厚方向的光程差为 R_r (nm)时， R_r/R_0 必须调节到0.8—3.5的范围，为获得上述范围的数值，操作B开始时的残留溶剂量必须调节到90wt%—10wt%，优选为40wt%—10wt%，最优选为35wt%—10wt%。

在拉幅操作中，为获得目的范围内的 R_r/R_0 ，在操作A、B、C中要有一个优选的周围气氛良溶剂浓度的相对关系。当 M_a 、 M_b 、 M_c 分别为操作A、B、C中良溶剂浓度时，优选满足 $M_a > M_c$ 的关系。此外，优选满足 $M_b > M_c$ 的关系。

在薄膜横向(与薄膜传送方向垂直的方向)拉伸操作中，薄膜的横向光学滞后相轴分布(以下称取向角分布)的恶化是众所周知的。为借助拉伸操作改善 R_r 与 R_0 的平衡、改善取向角分布状态，在操作A、B、C中要有一个优选的周围气氛良溶剂浓度的范围。操作A、B、C中良溶剂浓度分别为 M_a 、 M_b 、 M_c 时，优选 $M_a > 2000\text{ppm}$ ，更优选 $M_a > 3000\text{ppm}$ ，最优选 $M_a > \text{饱和良溶剂蒸气浓度的} 60\%$ 。还有，优选为 $M_b > 2000\text{ppm}$ ，更优选为 $M_b > 3000\text{ppm}$ ，最优选为 $M_b > \text{饱和良溶剂蒸气浓度的} 60\%$ 。还有，优选

为 $Mc < \text{饱和良溶剂蒸气浓度的 } 60\%$ ，更优选为 $Mc < 3000\text{ppm}$ ，最优选是 $Mc < 2500\text{ppm}$ 。

为借助横向拉伸操作改善 R_r 与 R_o 的平衡、改善取向角分布状态，在操作 A、B、C 中要有一个优选的薄膜弹性系数的相对关系范围。操作 A、B、C 中薄膜弹性系数分别为 Da 、 Db 、 Dc 时，优选为 $100 < |Da-Db| < 2000\text{N/mm}^2$ ，更优选为 $100 < |Da-Db| < 1000\text{N/mm}^2$ ，最优选为 $100 < |Da-Db| < 700\text{N/mm}^2$ 。

在拉幅操作中，为获得目的范围内的 R_r/R_o ，在操作 A、B、C 中要有一个优选的薄膜弹性系数范围。操作 A、B、C 中薄膜弹性系数分别为 Da 、 Db 、 Dc 时，优选为 $500 < Db < 2000\text{N/mm}^2$ ，更优选为 $500 < Db < 1500\text{N/mm}^2$ ，最优选为 $500 < Db < 1000\text{N/mm}^2$ 。

(在薄膜中的残留溶剂的贫溶剂的含量(%))

在拉幅操作中，为获得目的范围内的 R_r/R_o ，在操作 A、B、C 各结束时的薄膜中的残留溶剂要有一个优选的良溶剂与贫溶剂的比率。操作 A、B、C 结束时的各自的残留贫溶剂重量/(残留良溶剂重量+残留贫溶剂重量) $\times 100(\%)$ 优选为 $95\text{wt}\%—15\text{wt}\%$ 范围，更优选为 $95\text{wt}\%—25\text{wt}\%$ ，最优选为 $95\text{wt}\%—30\text{wt}\%$ 。还有，操作 A、B、C 结束时的各自的残留贫溶剂重量/(残留良溶剂重量+残留贫溶剂重量) $\times 100(\%)$ 可相同，也可不同。

(操作 A、B、C 中薄膜的温度设定和残留溶剂量)

在薄膜横向拉伸操作中，薄膜的横向光学滞后相轴分布(以下称取向角分布)的恶化是众所周知的。为借助横向拉伸操作改善 R_r 与 R_o 的平衡、改善取向角分布状态，在操作 A、B、C 中要有一个优选的薄膜温度的相对关系。在操作 A、B、C 各结束时的薄膜温度分别为 Ta 、 Tb 、 Tc 时，优选为 $Ta \leq Tb-10$ 。此外，优选 $Tc \leq Tb$ 。更优选 $Ta \leq Tb-10$ 且 $Tc \leq Tb$ 。

在拉幅操作中，在薄膜垂直于移送方向拉伸之际，为使取向角分布变小且 R_r/R_o 处于良好范围，优选在操作 B 中，基片在较柔软的状态下进行拉伸，与操作 B 相比，在操作 A、C 中基片是坚硬的。上述条件可通过具体地调控薄膜温度及薄膜残留溶剂量获得。各操作中的周围气氛温度，也受到薄膜残留溶剂量的影响，优选在操作 A 为 $30—40^\circ\text{C}$ ，在操作 B、C

为 30—140℃。具体地说，当操作 B 结束时薄膜残留溶剂量为操作 B 开始时薄膜残留溶剂量的 0.4—0.8 的范围时，操作 B 的周围气氛温度优选为 110—140℃。当操作 B 结束时薄膜残留溶剂量为操作 B 开始时薄膜残留溶剂量的 0.4—0.8 的范围时，操作 B 开始时的薄膜温度优选为 30—140℃，操作 B 结束时的薄膜温度优选为 70—140℃。还有，操作 B 结束时薄膜残留溶剂量，以操作 B 开始时薄膜残留溶剂量为基准，在 0.8—0.99 的范围时，操作 B 周围气氛温度优选为 30—130℃。操作 B 结束时的薄膜残留溶剂量，以操作 B 开始时的薄膜残留溶剂量为基准，在 0.8—0.99 的范围时，操作 B 开始时的薄膜温度优选为 30—130℃，操作 B 结束时的薄膜温度优选为 60—130℃。

为改善取向角分布，且调节 R_r/R_0 在理想的范围，在操作 B 中，薄膜的升温速度优选在 0.5—10℃/s 的范围。

为使 R_r/R_0 处于优选范围内，在操作 B 中优选进行短时间的拉伸。但是，从薄膜的均匀性角度考虑，要规定一个最低限度的必要拉伸时间范围。具体地说，优选为 1—10sec 范围，更优选为 4—10sec。

在上述拉幅操作中，导热率既可不变，也可改变。导热率优选为 41.9—419 × 10³J，更优选为 41.9—209.5 × 10³J，最优选为 41.9—126 × 10³J。

为获得目的范围内的 R_r/R_0 ，在上述操作 B 中横向拉伸速度既可不变，也可改变。拉伸速度优选为 50%/min—500%/min，更优选为 100%/min—400%/min，最优选为 200%/min—300%/min。

在拉幅操作中，减小薄膜周围气氛温度分布，从提高薄膜均匀性角度考虑，要有一个优选范围。拉幅操作中的温度分布，优选在 ±5℃ 以内，更优选在 ±2℃ 以内，最优选在 ±1℃ 以内。借助上述温度分布的减小，可以期望薄膜的横向温度分布也会减小。

(纤维素酯薄膜制造时的拉伸角度)

在本发明纤维素酯薄膜制造方法的操作 B 中，流延到支持体上的纤维素酯薄膜进行横向拉伸，在此参照图 1 对拉伸操作的一种实施方式进行说明。

在操作 B 中，图 1 所示的拉伸角度，优选为 2° — 10° ，更优选为 3° — 7° ，最优选为 3° — 5° 。

为获得本发明优选的光程差，纤维素酯薄膜横向拉伸时的拉伸倍数优选为 1.1—2.5 倍，更优选为 1.3—1.8 倍，最优选为 1.3—1.6 倍。

操作 B 中拉伸纤维素酯薄膜时，既可用单轴拉伸机，也可用双轴拉伸机。

在操作 C 中为抑制尺寸变化，优选使薄膜在垂直于移送方向的方向松弛。具体地说，优选调节薄膜宽度，使其为前面操作中的膜宽的 95—99.5%。

优选整个拉幅操作结束后，设置干燥操作(以下称操作 D1)。拉幅操作赋予纤维素酯薄膜的光学特性在干燥过程中得到完善。在干燥操作中所进行的热处理温度优选为 50°C — 140°C ，更优选为 80°C — 140°C ，最优选为 80°C — 130°C 。

在上述热处理中的导热率优选为 $20.9\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ — $126 \times 10^3\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ ，更优选为 $41.9\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ — $129 \times 10^3\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ ，最优选为 $41.9\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ — $83.7 \times 10^3\text{J}/\text{m}^2\text{hr}$ 。

(操作 D1 中的薄膜温度分布)

在操作 D1 中，横向薄膜面内与薄膜传送方向垂直的方向的薄膜周围气氛温度分布的减少，从提高薄膜均匀性角度考虑，要有一个优选范围。拉幅操作中的温度分布优选在 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内，更优选在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以内，最优选在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内。

(操作 D1 中的薄膜传送张力)

操作 D1 中的薄膜传送张力，为防止薄膜在传送方向上的伸长，要有一个优选的条件。操作 D1 中的薄膜传送张力，也受涂布漆的物性、剥离时和操作 D0 中的残留溶剂量、操作 D1 中的温度等影响，优选为 $120\text{N}/\text{m}$ — $200\text{N}/\text{m}$ ，更优选为 $140\text{N}/\text{m}$ — $200\text{N}/\text{m}$ ，最优选为 $140\text{N}/\text{m}$ — $160\text{N}/\text{m}$ 。

为防止薄膜在操作 D1 中的传送方向上的伸长，优选设置张力截止辊。优选干燥结束后、卷取前设置纵切机切去端部，以获得良好卷取。

(纤维素酯薄膜的横向、纵向撕裂强度)

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，纵向(机械传送方向，以下称 MD 方向)与横向(与机械传送方向垂直的方向，以下称 TD 方向)薄膜撕裂强度之比要有一个优选的控制范围。TD、MD 方向的撕裂强度分别为 Htd、Hmd 时，该控制范围优选为 $0.6 < \text{Htd}/\text{Hmd} < 1$ ，更优选为 $0.783 < \text{Htd}/\text{Hmd} < 1$ ，最优选为 $0.83 < \text{Htd}/\text{Hmd} < 1$ 。

(纤维素酯薄膜的横向、纵向尺寸变化率)

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，尺寸变化率要有一个优选的控制范围。TD、MD 方向的尺寸变化率分别为 Std、Smd 时，该控制范围优选为 $0.4\% > \text{Std}、\text{Smd} > -0.4\%$ ，更优选为 $0.25\% > \text{Std}、\text{Smd} > -0.25\%$ ，最优选为 $0.2\% > \text{Std}、\text{Smd} > -0.2\%$ 。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，涂布漆制备时的增塑剂量、紫外线吸收剂量和拉伸结束后的薄膜中所含的增塑剂量、紫外线吸收剂量的变化率要有一个优选的控制范围。增塑剂量、紫外线吸收剂量的变化率优选在 10% 以内，更优选在 7% 以内，最优选在 5% 以内。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜的结晶度要有一个优选的控制范围。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，增塑剂分布要有一个优选的控制范围。就上述方法制成的纤维素酯薄膜进行说明。

(纤维素酯薄膜的光程差 (R_o 、 R_r) 特性)

从成功制得由本发明的相位差薄膜、光学补偿片、椭圆偏振片等组合的视角显示效果高的液晶显示装置的角度考虑，横向拉伸纤维素酯薄膜，结果须调节其 R_r/R_o 到 $0.8 \leq R_r/R_o \leq 3.5$ ，优选为 $0.8 \leq R_r/R_o \leq 3.0$ ，更优选为 $0.8 \leq R_r/R_o \leq 2.5$ 。

本发明纤维素酯薄膜的薄膜面内方向的光程差 (R_o) 优选为 30nm—1000nm 范围，更优选为 30nm—500nm，特别优选为 30nm—150nm，最优选为 30nm—75nm。

理由同上，本发明纤维素酯薄膜的膜厚方向的光程差 (R_r) 优选为 30nm—1000nm 范围，更优选为 30nm—500nm 范围，特别优选为 30nm—250nm 范围。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，横向取向角分布要有一个特别优选的控制范围。在横向任何测定点上测定时，所有测定点的平均取向角的度数优选在 $\pm 2^\circ$ 以内，更优选在 $\pm 1^\circ$ 以内，最优选在 $\pm 0.5^\circ$ 以内。

(取向角)

在本发明中，所谓取向角是指纤维素酯薄膜面内的滞后相轴方向与纵向形成的角，或该滞后相轴方向与横向(与纵向垂直)形成的角。还有，取向角是用自动双折射仪 KOBURA-21ADH 进行测定的。

横向拉伸后的纤维素酯薄膜的取向角之所以混乱，发生了不希望有的薄膜的纵向拉伸就是原因之一。只要存在不期望有的纵向拉伸，纵向具有滞后相轴的面内就有光程差，而且也使膜厚方向的光程差上升，导致取向角分布恶化。使此薄膜具有在横向具有滞后相轴的面内光程差，必然抵消上述纵向带滞后相轴的面内光程差，也引起膜厚方向的光程差上升。所以，借助均匀调控取向角，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_o 较低。

(纤维素酯薄膜的光程差分布)

在本发明中，纤维素酯薄膜的平面内方向光程差(R_o)分布优选调节到5%以下，更优选为2%以下，特别优选为1.5%以下。膜厚方向光程差(R_r)分布优选调节到10%以下，更优选为2%以下，特别优选为1.5%以下。

上述光程差分布数值，在所得薄膜横向上以1cm间隔进行测定，用所得光程差的偏差系数(CV)来表示。光程差及其分布数值的测定方法稍后说明。

(基于测定波长差的光程差特性变化)

纤维素酯薄膜横向拉伸时，基于测定波长差的光程差变化较小的一方，就防止组合成液晶显示面板时的“色不匀度”来讲是优选的。

优选为 $0.7 < R_{450}/R_o < 1.0$ 、 $1.0 < R_{650}/R_o < 1.5$ ，更优选为 $0.7 < R_{450}/R_o < 0.95$ 、 $1.01 < R_{650}/R_o < 1.2$ ，特别优选为 $0.8 < R_{450}/R_o < 0.93$ 、 $1.02 < R_{650}/R_o < 1.1$ 。

(纤维素酯薄膜的透射率)

作为液晶显示装置的组件，需要高的透射率和紫外线吸收性能，组

合添加上述添加剂制得的纤维素酯薄膜的 500nm 透射率优选为 85%—100%，更优选为 90%—100%，最优选为 92%—100%。而其 400nm 透射率优选为 40%—100%，更优选为 50%—100%，最优选为 60%—100%；其 380nm 透射率优选为 0%—10%，更优选为 0%—5%，最优选为 0%—3%。

(纤维素酯薄膜的横向膜厚分布)

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，横向膜厚分布 $R(\%)$ 优选调整为 $0 \leq R(\%) \leq 8\%$ ，更优选为 $0 \leq R(\%) \leq 5\%$ ，特别优选为 $0 \leq R(\%) \leq 4\%$ 。

(纤维素酯薄膜的雾度值)

横向拉伸后的纤维素酯薄膜的雾度之所以上升，发生了不希望有的膜的纵向拉伸就是原因之一。借助在调低雾度值的条件下拉伸，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_o 降低。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜雾度值要有一个优选的控制范围。薄膜雾度值优选在 2% 以内，更优选为 1.5% 以内，最优选为 1% 以内。

(纤维素酯薄膜的弹性模量)

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜的拉伸强度要有一个优选的控制范围。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜的弹性模量要有一个优选的控制范围。横向(TD)、纵向(MD)的弹性模量既可相同也可不同。在横向拉伸后的纤维素酯薄膜发生不希望有的纵向拉伸的场合，结果引起弹性模量的改变。借助使弹性模量在一定的控制范围内拉伸，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_o 降低。

具体地说，弹性模量优选在 1.5GPa—5GPa 范围，更优选为 1.8GPa—4GPa，特别优选为 1.9GPa—3GPa 范围。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜发生不希望有的纵向拉伸的场合，结果引起拉伸结束后的薄膜的断裂应力的改变。借助使断裂应力在一定的控制范围内拉伸，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_o 降低。横向(TD)、纵向(MD)的断裂应力既可相同也可不同。

具体地说，断裂应力的控制范围优选在 50—200MPa，更优选在 70—

150MPa，最优选在 80—100MPa。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜发生不希望有的纵向拉伸的场合，结果引起拉伸结束后的薄膜的断裂伸长率的改变。借助使断裂伸长率在一定的控制范围内拉伸，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_t 降低。横向(TD)、纵向(MD)的断裂伸长率既可相同也可不同。

具体地说，断裂伸长率控制范围优选为 20%—80%，更优选为 30%—60%，最优选为 40%—50%。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜发生不希望有的纵向拉伸的场合，结果引起吸湿膨胀系数的改变。纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜的吸湿膨胀系数要有一个优选的控制范围。横向(TD)、纵向(MD)的吸湿膨胀系数既可相同也可不同。

具体地说，吸湿膨胀系数控制范围优选为 -1%~1%，更优选为 -0.5%~0.5%，最优选为 0%~0.2%。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜发生不希望有的纵向拉伸的场合，促使耀斑杂质的产生。借助在拉伸结束后的薄膜中抑制出现耀斑杂质的条件下拉伸，能够使平面内及膜厚方向的光程差均匀化，且能确保 R_r/R_t 降低。

具体地说，耀斑杂质控制范围优选为 0—80 个/cm²，更优选为 0—60 个/cm²，最优选为 0—30 个/cm²。

通常，在纤维素酯薄膜用作偏振片保护膜的时候，为使其能与偏光镜很好粘合，有时要进行碱皂化处理。由于碱皂化后的薄膜与偏光镜的粘合要用聚乙烯醇水溶液作为粘合剂，碱皂化处理后的纤维素酯薄膜与水的接触角变大时，不能用聚乙烯醇粘合，所以作为偏振保护膜就成问题。

因此，碱皂化处理后的纤维素酯薄膜的接触角优选为 0°—60°，更优选为 5°—55°，最优选为 10°—30°。

(纤维素酯薄膜的中心线平均粗度，Ra)

纤维素酯薄膜用作液晶显示用组件之际，为减少薄膜的光泄漏，要求平面度高。中心线平均粗度(Ra)是 JIS B 0601 中规定的数值，其测定

方法的例子可以举出触针法或光学法等。

本发明纤维素酯薄膜的中心线平均粗度(Ra)优选在20nm以下,更优选为10nm以下,特别优选是3nm以下。

以下,就本发明纤维素酯薄膜的各性能数据的测定方法以及后述实施例中所用的测定方法的要点进行说明。

(残留溶剂量中的贫溶剂量)

从含有残留溶剂的试样减压收集残留溶剂,借助气相色谱给各溶剂定量。

(薄膜的弹性模量、断裂伸长率、断裂应力)

含有任意残留溶剂的薄膜裁剪成宽10mm、长200mm的试样,在任意温度、二氯甲烷饱和气氛下,使夹具间距为100mm,在拉伸速度100mm/min下进行拉伸试验求出有关性能数据。

在不含残留溶剂的薄膜的场合,试样裁剪成宽10mm、长200mm,在任意温度下使夹具间距为100mm,在拉伸速度100mm/min下进行拉伸试验,求出有关性能数据。

(光程差 R_0 、 R_r 值、滞后相轴方向(横向)的折射率(N_x)、超前相轴方向(纵向)的折射率(N_y)、膜厚方向(厚度方向)的折射率(N_z)及滞后相轴方向(取向角)的测定)

用自动双折射仪KOBRA-21ADH(王子计测机器公司),在23℃、55%RH环境下,波长为590nm,进行双折射率测定,求出 R_0 、 R_r 、折射率 N_x 、 N_y 、 N_z 。取向角以滞后相轴方向与薄膜的纵向或横向所成的角表示。

(光程差(R_0 、 R_r)的分布及其偏差系数)

用自动双折射仪KOBURA-21ADH(王子计测机器公司),在23℃、55%RH环境下,波长为590nm,试样的横向上以1cm间隔进行三维双折射率测定。所得平面内及膜厚方向的光程差分别用(n-1)法求出标准偏差。光程差分布的数值,求出下示的偏差系数(CV)作为指标。在实际测定中, $n=130\sim 140$ 。

光程差的偏差系数(CV)=标准偏差/光程差平均值

(波长分散特性)

用自动双折射仪 KOBURA-21ADH(王子计测器公司), 在 23℃、55%RH 的环境下, 波长为 450、650nm, 进行三维双折射率测定, 分别得到 R_{450} 、 R_{650} 值。

波长分散特性分别计算 R_{450}/R_0 及 R_{650}/R_0 。

(干燥薄膜的撕裂强度)

薄膜在 23℃、55%RH 调湿室中调湿 4 小时后, 裁剪成宽 50mm × 长 64mm 的试样, 按照 ISO6383/2-1983 进行测定, 求出撕裂强度。

(尺寸变化率)

薄膜在 23℃、55%RH 调湿室中调湿 4 小时后, 横向、纵向上分别以约 10cm 间隔用割刀划印, 测定距离(L1), 随后在 60℃、RH90%调湿恒温槽中保存 24 小时。再次在 23℃、55%RH 调湿室中调湿 4 小时后, 测定印记的距离(L2)。尺寸变化率用下式计算。

$$\text{尺寸变化率}(\%) = [(L2 - L1)/L1] \times 100$$

(吸湿膨胀率)

薄膜在 23℃、55%RH 调湿室中调湿 4 小时后, 在横向、纵向分别以约 20cm 间隔用割刀划印, 测定距离(L3)。随后在 60℃、RH90%调湿恒温槽中保存 24 小时。薄膜从恒温槽取出后, 在两分钟内测定印记的距离(L4)。吸湿膨胀率用下式计算。

$$\text{吸湿膨胀率}(\%) = [(L4 - L3)/L3] \times 100$$

(膜厚分布)

试样薄膜在 23℃、55%RH 调湿室中调湿 4 小时后, 在横向以 10mm 间隔, 测定膜厚。由所得膜厚分布数据, 根据下式算出膜厚分布 R(%)。

$$R(\%) = \{R(\max) - R(\min)\} \times 100 / R(\text{ave})$$

式中, R(max):最大膜厚, R(min):最小膜厚, R(ave):平均膜厚

(雾度值)

按照 JIS K-6714, 用雾度测量仪(1001 DP 型, 日本电色工业公司制)进行测定, 作为透明性的指标。

(透射率的测定)

透射率 T 是由分光透射率 $\tau(\lambda)$ 算出 380、400、500nm 的透射率进

行测定的。分光透射率 $\tau(\lambda)$ 是用分光光度计 U-3400(日立制作所公司) 将各试样在 350-700nm 波长范围内每隔 10nm 求出的。

(蠕曲)

薄膜试样在 25℃、55%RH 环境下放置 3 日后, 截成横向 50mm、纵向 2mm 片状。而且该薄膜片在 23℃±2℃、55%RH 环境下调湿 24 小时, 用曲率标尺测定该薄膜的蠕曲值。蠕曲度的测定是按照 JIS-K7619-1988A 法进行的。

蠕曲值用 $1/R$ 表示, R 为曲率半径, 单位是 m。

(耀斑杂质)

夹紧试样, 使两个偏振片呈正交(正交尼科耳)状态, 一个偏振片外侧向光, 从另一偏振片外侧用显微镜(透射光源, 30 倍)测定每 25mm² 的可见白光可辨认的杂质个数。测定中的评价是从涉及每 10 处共计 250mm² 范围的耀斑杂质个数求出每 cm² 的耀斑杂质个数。在本发明中, 耀斑杂质的大小为 5-50 μm², 其上的杂质观测不到。

(皂化处理后的接触角)

试样在 50℃的 2.5N NaOH 中处理 2.5 分钟, 随即用纯水洗涤 2.5 分钟。处理后的试样在 23℃、55%RH 条件下调湿 24 小时, 用接触角计 CA-D 型(共和界面科学公司)进行测定。

(中心线平均粗度 Ra)

用非接触式表面微细形状测试装置 WYKO NT-2000 对中心线平均粗度(Ra)进行测定。

(像的清晰度)

JIS K-7105 中有定义。用 1mm 狭缝测定时, 优选为 90%以上, 更优选为 95%以上, 最优选为 99%以上。

(吸水度的测定方法)

试样裁成 10cm × 10cm 大小, 在 23℃水中浸渍 24 小时, 取出后立即用滤纸擦掉表面水滴, 测得其重量为 W_1 。接着此薄膜在 23℃、55%RH 周围气氛下调湿 24 小时后, 测得其重量为 W_0 。两个测定值代入下式, 即得到 23℃水中浸渍 24 小时的吸水度。

$$\text{吸水度}(\%) = [(W1 - W0) / W0] \times 100$$

(含水量的测定方法)

试样裁成 10cm × 10cm 大小，在 23℃、80%RH 的周围气氛下调湿 48 小时后，测得其重量为 W3。接着此薄膜在 120℃ 下干燥 45 分钟后测得其重量为 W2。两个测定值代入下式，即得到 23℃、80%RH 的含水量。

$$\text{含水量}(\%) = [(W3 - W2) / W2] \times 100$$

(透湿度的测定方法)

JIS Z 0208 中有定义。本发明纤维素酯薄膜的透湿度优选为 10 - 250g/m² · 24hr，更优选为 20 - 200g/m² · 24hr，最优选为 50 - 180g/m² · 24hr。

对本发明的相位差薄膜(即相位差片)进行说明。

本发明的纤维素酯薄膜能够独自用作扩大液晶显示装置视角的相位差薄膜(即相位差片)。

对本发明的光学补偿片进行说明。

本发明的纤维素酯薄膜上直接或通过其它层，设置含有光学各向异性化合物的光学各向异性层，制得光学补偿片。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜上设置含有光学各向异性化合物的光学各向异性层的场合，从薄膜平滑性角度考虑，优选的是，在纤维素酯薄膜流延时，朝着支持体的那一面上设置光学各向异性层。

在横向拉伸后的纤维素酯薄膜上涂布液晶性化合物、设置光学各向异性层的场合，从液晶取向性角度考虑，优选是在纤维素酯薄膜流延时，背着支持体的那一面上设置光学各向异性层。

对本发明的偏振片、及包含此偏振片的本发明的液晶显示装置进行说明。

作为本发明的偏振片所用的偏光镜，可以使用众所周知的，例如，由聚乙烯醇之类的亲水性聚合物构成的薄膜经碘那样的二色性染料处理的拉伸膜，或者由氯乙烯之类的塑料薄膜经处理的取向膜。这样所得的偏光镜用纤维素酯薄膜进行层合。

而且，在偏光镜的至少一面上层合本发明的光学补偿薄膜构成偏振

片，在只有一面的场合，也可使用另一面不涂液晶层的本发明纤维素酯薄膜支持体或其它透明支持体或者TAC(三乙酸酯)薄膜。

本发明的纤维素酯薄膜也能够优选用作偏振片保护薄膜。例如，直接或插入取向层，涂布液晶，设置取向、固定化的光学各向异性层(例如混合取向固定化层)。以此作为偏振片的保护薄膜能够使偏振片的视角扩大。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜表面能要有一个优选的控制范围。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜导电性要有一个优选的控制范围。

纤维素酯薄膜横向拉伸之际，拉伸结束后的薄膜蜷曲要有一个优选的控制范围。

具体地说，在23℃、55%RH下的蜷曲值，优选在-20(1/m)~20(1/m)范围内，更优选为-15(1/m)~15(1/m)，特别优选为-10~10(1/m)。

并且，在纤维素酯薄膜用作偏振片保护薄膜的场合，偏振片的耐久性及制备时的吸水度超过4.5%时，存在偏振片的耐久性问题，而且在不到1.0%的场合，偏振片制备时偏光镜与保护薄膜贴合、干燥之际，干燥性趋于恶化。

纤维素酯薄膜的含水量优选在0.5-4.5%范围内，更优选是1.5-3.5%，最优选是1.5-3.0%。

这样制得的偏振片可设在液晶元件的一面上，也可设在两面上。在单面设置的场合，本发明的光学补偿薄膜贴合在邻近偏光镜的液晶元件的一面。就能够制得本发明的液晶显示装置。

在液晶显示装置上设置本发明光学补偿薄膜的场合，通常由位于驱动用液晶元件两面的一对基片上下配置的上侧偏光镜和下侧偏光镜构成，此时该基片和上侧或下侧偏光镜的任一側之间或者该基片和上侧及下侧偏光镜的各自之间设置至少一层本发明的光学补偿薄膜，从低成本角度和有效体现本发明的目的考虑，在作为显示装置场合的观察者一侧的偏光镜和驱动元件一侧的基片之间设置一层本发明的光学补偿薄膜是

合乎需要的。

在液晶显示装置特别是扭转向列型(TN型)液晶显示装置的场合,光学补偿薄膜的纤维素酯薄膜支持体平面内的最大折射率方向是在与液晶元件的基片取向方向实际上垂直的方向上贴合,从而有效体现本发明目的。所谓实际上垂直,是 $90^{\circ} \pm 5^{\circ}$,优选是 90° 。

以下,参照各实施例对本发明进行说明,但是本发明不受这些实施例的限制。还有,以下的“份”,除非另有说明,是指“重量份”。

实施例 1

《纤维素酯薄膜 1 的制备》

如下所述,进行涂布漆的制备、紫外线吸收剂溶液的制备,用它们来制备纤维素酯薄膜 1。

(涂布漆的制备)

乙酰基取代度 2.00、丙酰基取代度 0.80、粘均聚合度 350 的乙酸丙酸纤维素 100 重量份、乙基邻苯二甲酰基乙醇酸乙酯 2 重量份、磷酸三苯酯 8.5 重量份、二氯甲烷 290 重量份、乙醇 60 重量份装入密闭容器中,混合物边缓缓搅拌边徐徐升温(经 60 分钟升到 45°C)进行溶解。容器内压力为 1.2atm。此涂布漆经安积滤纸 No. 244(安积滤纸公司制)过滤后,静置 24 小时以除去涂布漆中的气泡。

(紫外线吸收剂溶液的制备)

此外,上述乙酸丙酸纤维素 5 重量份、TINUVIN 326(Ciba Speciality Chemicals 公司)6 重量份、TINUVIN 109(Ciba Speciality Chemicals 公司)4 重量份、TINUVIN 171(Ciba Speciality Chemicals 公司)5 重量与二氯甲烷 94 重量份和乙醇 8 重量份混合、搅拌、溶解,制成紫外线吸收剂溶液。

以涂布漆 100 重量份计,添加上述紫外线吸收剂溶液 2 重量份,经静态混合机充分混合后, 30°C 的涂布漆从模头以 1.6m 宽度流延到不锈钢带上。不锈钢带内面与 25°C 温水接触,使薄膜在进行温控的不锈钢带上干燥 1 分钟,然后不锈钢带内面与 15°C 冷水接触,夹持 15 秒钟后从不锈钢带上剥离。

剥离时料片中的残留溶剂量为 80wt%。随后在 D0 区的 100N/m 的传送张力下进行传送。D0 结束时的乙醇/(二氯甲烷+乙醇)为 70wt%。

随后在使用单轴拉伸拉幅机的操作 A 中剥离后的料片两端用夹具夹持，在操作 B 中使夹具间隔在横向拉伸速度 250%/min 的条件下变化。此时，薄膜周围气氛温度为 120℃，拉伸比为 1.5 倍。

拉伸开始时的薄膜温度为 80℃，残留溶剂量为 25wt%，拉伸结束时，薄膜温度为 120℃，残留溶剂量为拉伸开始时的 60%，乙醇/(二氯甲烷+乙醇)为 93wt%。

随后，在操作 C 中夹持薄膜进行传送。在操作 C 中使宽度变为操作 B 中的 98%来进行松弛。操作 A、B 中的二氯甲烷周围气氛浓度为 4000ppm。而操作 C 中的二氯甲烷周围气氛浓度在其他饱和浓度的 60%以下。随后，在周围气氛温度定为 100℃的操作 D1 中薄膜进行干燥，制得纤维素酯薄膜 1。

操作 B 结束时的薄膜弹性模量为 600N/mm²，操作 D1 开始时的薄膜弹性模量为 2000N/mm²。

所得的薄膜用锥度张力法 (taper tension) 卷取成宽 1m、长 1000m 的膜卷状，卷芯为 ϕ 200mm 的玻璃纤维增强树脂芯。此时，用 250℃的压花环给薄膜端部加压，进行厚度加工，以防薄膜间的粘附。

从所得膜卷中取出的薄膜的中央部分作为试样，测得其横向、纵向、膜厚方向的折射率 N_x 、 N_y 、 N_z 分别为 1.47783、1.47703、1.47613，膜厚为 80 μ m。

随后，测得下面的光学特性：

$$\begin{aligned} N_x - N_y &= 0.0008 & R_r &= 104\text{nm} \\ (N_x + N_y) / 2 - N_z &= 0.0013 & R_r / R_0 &= 1.63 \\ & & R_0 \text{ 分布} &= 1.4\% \\ R_0 &= 64\text{nm} & R_r \text{ 分布} &= 1.6\% \end{aligned}$$

还有，从所得膜卷中央部分抽取试样，测得其雾度值为 0.1%。

由此可以断定，本发明的纤维素酯薄膜 1 具有极好的光学特性，适于用做相位差薄膜、光学补偿片等。

实施例 2

《纤维素酯薄膜 2 的制备》

与纤维素酯薄膜 1 的制备相同，制备涂布漆，在不锈钢带上流延、剥离。剥离时料片中的残留溶剂量为 90wt%。随后，在 D0 区的 100N/m 的传送张力下进行传送。D0 结束时的乙醇/(二氯甲烷+乙醇)为 62wt%。

随后在使用单轴拉伸拉幅机的操作 A 中剥离后的料片两端用夹具夹持，在操作 B 中使夹具间隔在横向拉伸速度 250%/min 的条件下变化。此时，薄膜周围气氛温度为 170℃，拉伸比为 1.5 倍。

拉伸开始时的薄膜温度为 80℃，残留溶剂量为 30wt%，拉伸结束时，薄膜温度为 100℃，残留溶剂量为拉伸开始时的 90%，乙醇/(二氯甲烷+乙醇)为 66wt%。

随后的操作 C 中，使宽度变为操作 B 中的 98%来进行松弛。操作 A、B 中的二氯甲烷周围气氛浓度为 4000ppm，操作 C 中的二氯甲烷周围气氛浓度在其他饱和浓度的 60%以下。

随后，在周围气氛温度定为 100℃的操作 D1 中薄膜进行干燥，制得纤维素酯薄膜 2。

操作 B 结束时的薄膜弹性模量为 500N/mm²，操作 D1 开始时的薄膜弹性模量为 1800N/mm²。

所得的薄膜用锥度张力法卷取成宽 1m、长 1000m 的膜卷状，卷芯为 φ200mm 的玻璃纤维增强树脂芯。此时，用 250℃的压花环给薄膜端部加压，进行高约 10 μm 的厚度加工，以防薄膜间的粘附。

从所得膜卷中央部分抽取试样，如上述测得其横向、纵向、膜厚方向的折射率 N_x 、 N_y 、 N_z 分别为 1.47790、1.47710、1.47600，膜厚为 80 μm。

随后，测得下列光学特性：

$$\begin{aligned} N_x - N_y &= 0.0008 & R_r &= 120\text{nm} \\ (N_x + N_y) / 2 - N_z &= 0.0015 & R_r / R_0 &= 1.88 \\ & & R_0 \text{ 分布} &= 1.3\% \\ R_0 &= 64\text{nm} & R_r \text{ 分布} &= 1.4\% \end{aligned}$$

还有,就滞后相轴方向来讲,各试样皆在薄膜横向的 $\pm 0.4^\circ$ 范围内。从所得膜卷中央部分抽取试样,测得其雾度值为0.1%。

由此可以断定,本发明的纤维素酯薄膜2具有极好的光学特性,适于用做相位差薄膜、光学补偿片等。

实施例3

《纤维素酯薄膜3(比较例)的制备》

与纤维素酯薄膜1的制备相同,制备涂布漆,在不锈钢带上流延、剥离。剥离时料片中的残留溶剂量为90wt%。随后,在D0区的100N/m的传送张力下进行传送。D0结束时的乙醇/(二氯甲烷+乙醇)为95wt%。

随后在使用单轴拉伸拉幅机的操作A中剥离后的料片两端用夹具夹持,在操作B中使夹具间隔在横向拉伸速度250%/min的条件下变化。此时,薄膜周围气氛温度为 170°C ,拉伸比为1.5倍。

拉伸开始时的薄膜温度为 150°C ,残留溶剂量为4wt%,拉伸结束时,薄膜温度为 170°C ,残留溶剂量为拉伸开始时的30%,乙醇/(乙醇+二氯甲烷)为98wt%。

操作A、B中的二氯甲烷溶剂周围气氛浓度为4000ppm。

随后,传送薄膜,用周围气氛温度定为 100°C 的操作D1进行干燥,制得纤维素酯薄膜3。在操作B中薄膜的弹性模量为 $1500\text{N}/\text{mm}^2$,在操作D1中薄膜的弹性模量为 $2000\text{N}/\text{mm}^2$ 。

所得的薄膜用锥度张力法卷取成宽1m、长1000m的膜卷状,卷芯为 $\phi 200\text{mm}$ 的玻璃纤维增强树脂芯。此时,用 250°C 的压花环给薄膜端部加压,进行厚度显示加工,以防薄膜间的粘附。

从所得薄膜卷中央部分抽取试样,测得其横向、纵向、膜厚方向的折射率 N_x 、 N_y 、 N_z 分别为1.47792、1.47742、1.47567,膜厚为 $80\mu\text{m}$ 。由此算出 $N_x - N_y$ 、 $(N_x + N_y)/2 - N_z$ 、 R_0 、 R_r 分别为0.0005、0.002、40.0nm、160.0nm。

与 R_0 相比,其 R_r 太高,作为相位差薄膜仍然是个问题。而且,滞后相轴的方向对薄膜横向超出 $\pm 2^\circ$ 。

所得薄膜的其它测定结果列举如下:

膜平面内方向的光程差(R_0)分布	5.1%	吸湿膨胀率(TD)	2.3%
膜厚方向的光程差(R_r)分布	11.2%	撕裂强度(MD)	2.2N/ μm
膜厚 R_{ave}	80 μm	撕裂强度(TD)	1.2N/ μm
最大膜厚 R_{max}	83.4 μm	Htd/Hmd	0.6
最小膜厚 R_{min}	76.1 μm	断裂应力(MD)	45MPa
膜厚分布 R(%)	9.1%	断裂应力(TD)	32MPa
透射率(500nm)	80%	断裂伸长率(MD)	15%
透射率(400nm)	78%	断裂伸长率(TD)	12%
透射率(380nm)	12%	弹性模量(MD)	1.4GPa
雾度	2.1%	弹性模量(TD)	1.3GPa
中心线平均粗度(R_a)	21.1nm	卷曲(23℃、55%RH)	45 m^{-1}
尺寸变化率(Smd)	-0.41%	耀斑杂质	85个/ cm^2
尺寸变化率(Std)	-0.51%	增塑剂含量比(G2/G1)	0.88
吸湿膨胀率(MD)	1.2%	皂化处理后接触角	65°

实施例 4

《纤维素酯薄膜 4-9 的制备》

在纤维素酯薄膜 1 的制备中，除乙酰基取代度为 1.9 之外，使用同一涂布漆，除横向、纵向的撕裂强度比(Htd/Hmd)分别调节到表 1 所示之外，其余同样进行，分别制得纤维素酯薄膜 4-9。

所得的薄膜分别求出薄膜平面内方向的光程差(R_0)、膜厚方向的光程差(R_r)，算出光程差比(R_r/R_0)。所得结果示于表 1。

表 1

纤维素酯薄膜	Htd/Hmd	R_r/R_0
4	0.59	3.8
5	0.62	2.0
6	0.78	2.0
7	0.83	1.2
8	1.0	1.5
9	1.1	3.6

由表 1 可以断定, 撕裂强度比 (Htd/Hmd) 调到 0.62-1.0 范围制得的纤维素酯薄膜 5-8, 其光学特性适于用做相位差薄膜、光学补偿片等。

实施例 5

《纤维素酯薄膜 10~18 的制备》

在纤维素酯薄膜 1 的制备中, 除乙酸丙酸纤维素的丙酰基取代度为 0.7 之外, 使用同一涂布漆, 横向、纵向尺寸变化率分别为 Std(%)、Smd(%) 时, Std(%)、Smd(%) 在如表 2 所示条件下进行横向拉伸, 分别制得纤维素酯薄膜 10-18。

表 2 中还示出各个薄膜的光程差比 (R_r/R_0)。

表 2

纤维素酯薄膜	Smd (%)	Std (%)	R_r/R_0
10	-0.01	-0.02	1.1
11	0.2	-0.01	1.5
12	0.2	0.15	1.6
13	-0.2	-0.25	1.5
14	-0.32	-0.28	1.9
15	-0.27	-0.32	1.9
16	0.32	0.28	1.9
17	0.41	-0.20	3.1
18	-0.19	0.42	3.2

由表 2 可以断定, Std 在 -0.4~0.4%, 且 Smd 定在 -0.4~0.4% 条件下拉伸后的纤维素酯薄膜 11-16, 其光学特性适于用作相位差薄膜、光学补偿片等。

实施例 6

《纤维素酯薄膜 19-23 的制备》

在纤维素酯薄膜 1 的制备中, 除所用的乙酸丙酸纤维素的乙酰基取代度为 1.9、丙酰基取代度为 0.7 之外, 使用同一涂布漆, 其横向膜厚分

布 R(%) 如表 3 所示条件进行横向拉伸, 分别制得纤维素酯薄膜 19-23。表 3 中还示出各个薄膜的光程差比 (R_r/R_0)。

表 3

纤维素酯薄膜	R(%)	R_r/R_0
19	3.5	1.1
20	4.0	1.5
21	5.0	2.2
22	8.0	2.8
23	8.5	3.5

由表 3 可以断定, 膜厚分布在 0-8% 的条件下拉伸后的纤维素酯薄膜 19-23, 其光学特性适于用作相位差薄膜、光学补偿片等。

实施例 7

《偏振片的制备》

《视角补偿椭圆偏振片 A 的制备》

三乙酰纤维素支持体 (Konica 公司, 膜厚 $80 \mu\text{m}$) 在 60°C 、 2mol/l 浓度的 NaOH 水溶液中浸渍 2 分钟, 水洗后, 在 100°C 下干燥 10 分钟, 制得碱皂化处理的三乙酰纤维素支持体。

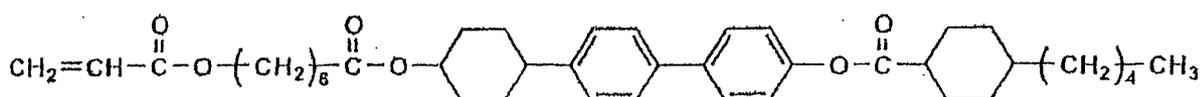
厚 $120 \mu\text{m}$ 的聚乙烯醇薄膜在含有碘 1 重量份、硼酸 4 重量份的水溶液 100 重量份中浸渍, 在 50°C 下拉伸 4 倍, 制得偏振薄膜 (偏光镜 1)。

上述偏光镜 1 的单面上, 用充分碱皂化的聚乙烯醇 5% 的水溶液作粘合剂各自贴合碱皂化处理的三乙酰纤维素支持体, 制成偏振片 1。

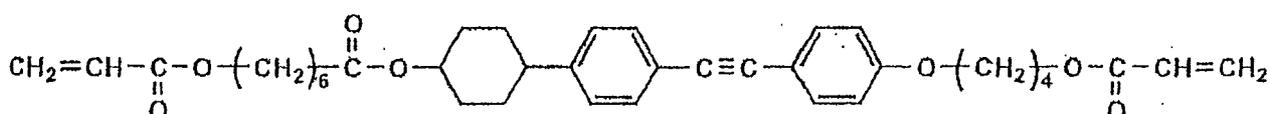
随后, 上述偏振片 1 上涂敷明胶薄膜 ($0.1 \mu\text{m}$), 用具有如下结构的烷基改性聚乙烯醇的 1.5% 溶液 (甲醇/水=1:3) 借助绕线棒控涂漆器 #3 进行涂布。经 65°C 的热风干燥后, 支持体平面内烷基改性聚乙烯醇涂布面上, 沿与偏振片吸收轴平行的方向进行摩擦处理, 形成取向层, 作为偏振片 1a。

MEK	86份	化合物4	3份
化合物2	3份	化合物5	3份
化合物3	2份	イルガキュア-369(Ciba Speciality Chemicals 制)	1份

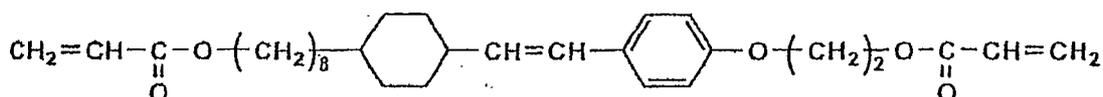
化合物2



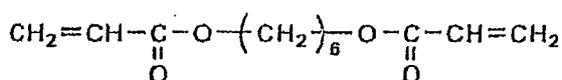
化合物3



化合物4



化合物5



《视角补偿椭圆偏振片的评价》

剥去 NEC 制的 15 型液晶显示 Multi Sync LCD 1525J 预先贴合的光学补偿薄膜及偏振片，与上述得到的本发明视角补偿椭圆偏振片贴合，以使本发明视角补偿椭圆偏振片的吸收轴与预先贴合的偏振片的吸收轴方向相同。

视角测定方法是，用 ELDIM 公司的 EZ-contrast 来测定上面制得的贴有本发明视角补偿椭圆偏振片的液晶面板。

作为视角的评价，评价液晶面板的白显示与黑显示时的对比度在 10 以上且相对于显示反转区域的面板的法线方向的倾角范围。测定结果证明，本发明的试样有极好的视角改善特性。

实施例 8

《纤维素酯薄膜 24 的制备》

用与纤维素酯薄膜 1 的制备相同的方法制备涂布漆，在不锈钢带上流延、剥离。剥离时料片中的残留溶剂量为 90wt%。随后，在 D0 区 150N/m 的传送张力下进行传送。D0 结束时的乙醇/(二氯甲烷+乙醇)含量为 30wt%。

随后，薄膜两端部用纵切机每 10cm 裁开后，使用单轴拉伸拉幅机的操作 A 中剥离后的料片两端用夹具夹持。

在操作 B 中使夹具间隔在横向拉伸速度 130%/min 的条件下变化。此时，薄膜周围气氛温度为 110℃，拉伸比为 1.4 倍。拉伸开始时的薄膜温度为 60℃，残留溶剂量为 20wt%，拉伸结束时，薄膜温度为 100℃，残留溶剂量为拉伸开始时的 90%，乙醇/(乙醇+二氯甲烷)为 93wt%。

随后，在操作 C 中夹持薄膜进行传送。在操作 C 中使宽度变为操作 B 中的 97%来进行松弛。操作 A、B 中的二氯甲烷周围气氛浓度为 2000ppm。而操作 C 中的二氯甲烷周围气氛浓度在其饱和浓度的 60%以下。

并且，在操作 A、B、C 各自的区域之间分别设置用于防止温度干扰的中性区。

随后，在周围气氛温度设定为 100℃的操作 D1 中进行薄膜的干燥操作，制得纤维素酯薄膜 24。

操作 B 结束时的薄膜弹性模量为 550N/mm²，操作 D1 开始时的薄膜弹性模量为 1800N/mm²。

纤维素酯薄膜 24 用锥度张力法卷取成宽 1m、长 1000m 的膜卷状，卷芯为 φ200mm 的玻璃纤维增强树脂芯。此时，用 250℃的压花环给薄膜端部加压，进行高约 10 μm 的厚度显示加工，以防薄膜间的粘附。

所得薄膜的物理性能如下：

Nx	1.4778	雾度	0.1%
Ny	1.4772	中心线平均粗度 (Ra)	1.65nm
Nz	1.4760	尺寸变化率 (Smd)	-0.05%
R ₀	50nm	尺寸变化率 (Std)	-0.03%
R _r	120nm	吸湿膨胀率 (MD)	0.1%

R_r/R_0	2.4	吸湿膨胀率(TD)	0.07%
R_{450}/R_0	0.88	撕裂强度(MD)	2.3N/ μm
R_{650}/R_0	1.03	撕裂强度(TD)	2.0N/ μm
取向角分布	$\pm 0.5^\circ$ 以内	断裂应力(MD)	93MPa
光程差分布(R_0)	1%	断裂应力(TD)	87MPa
光程差分布(R_r)	1.4%	断裂伸长率(MD)	40%
膜厚 R_{ave}	80.0 μm	断裂伸长率(TD)	45%
最大膜厚 R_{max}	80.5 μm	弹性模量(MD)	2.8GPa
最小膜厚 R_{min}	79.5 μm	弹性模量(TD)	3.0GPa
膜厚分布 R(%)	1.3%	卷曲(23 $^\circ\text{C}$ 、55%RH)	8 m^{-1}
透射率(500nm)	92.2%	耀斑杂质	21 个/ cm^2
透射率(400nm)	58.2%	增塑剂含量比(G2/G1)	0.99
透射率(380nm)	2.3%	皂化处理后接触角	17 $^\circ$

可以断定,本发明的纤维素酯薄膜 24,其光学特性适于用作相位差薄膜、光学补偿片等。

还有,在实施例 7 的视角补偿偏振片 A 的制备中,除用上述纤维素酯薄膜 24 代替纤维素酯薄膜 1 之外,其余原样进行,制备视角补偿偏振片,进行与实施例 7 相同的视角特性评价。结果可见,与用 Multi Sync LCD1525J 上预先贴合的光学补偿薄膜及偏振片的场合相比,显示非常好的视角改善特性。

实施例 9

用与实施例 7 中相同的方法制备偏光镜 1。而且,实施例 8 制得的纤维素酯薄膜 24 在 60 $^\circ\text{C}$ 、2mol/l 浓度的 NaOH 水溶液中浸渍 2 分钟,水洗后,在 100 $^\circ\text{C}$ 下干燥 10 分钟,制得碱皂化处理透明支持体 B。

透明支持体 B 流延时,在与带支持体接触的背面涂敷明胶薄膜(0.1 μm),上述烷基改性聚乙烯醇的 1.5%溶液(溶剂为甲醇/水=1:3)借助绕线棒控涂漆器#3 进行涂布。经 65 $^\circ\text{C}$ 的热风干燥后,支持体平面内烷基改性聚乙烯醇涂布面上,沿与制膜时的纵向平行的方向进行摩擦处理,形成

取向层。

上述溶液 LC-1, 借助绕线棒控涂漆器#6 进行涂布。经 55℃ 的无风干燥 30 秒钟, 随后在 100℃ 下热处理 30 秒钟后, 徐徐降温, 用 98KPa 的氮气吹洗 60 秒钟后, 在氧浓度 0.1% 条件下借助 450mJ/cm² 的紫外线固化成膜。这样使液晶化合物的取向固定化, 由此制得一种带有含固定化的光学各向异性化合物的光学各向异性层的光学补偿片 C。

用 SK dyne20 作粘合剂, 使上面制得的偏光镜 1 与光学补偿片 C 的有光学各向异性层的一侧贴合, 以使偏振片 1 的透射轴与透明支持体 B 的滞后相轴一致, 制得视角补偿椭圆偏振片 D。

所得视角补偿椭圆偏振片 D 用与实施例 7 一样的方法进行视角评价。结果断定, 具有非常好的视角特性。

实施例 10

在实施例 9 的取向层制备中, 除在透明支持体 B 流延时与带支持体接触的一侧上涂敷明胶薄膜(0.1 μm)之外, 完全照原样制备取向层、光学补偿片, 制得视角补偿偏振片 E。所得的视角补偿椭圆偏振片 E 用与实施例 7 同样的方法进行视角评价。结果断定, 具有非常好的视角特性。

实施例 11

《纤维素酯薄膜 25 的制备》

除用纤维素酯薄膜 1 的制备中所用的乙酸丙酸纤维素的乙酰基取代度为 1.9、丙酰基取代度为 0.75 的纤维素酯之外, 用与实施例 8 的纤维素酯薄膜 24 同样的制备方法制得纤维素酯薄膜 25。

所得薄膜的物理性能如下:

N _x	1.4781	雾度	0.1%
N _y	1.4772	中心线平均粗度(Ra)	1.66nm
N _z	1.4758	尺寸变化率(Smd)	-0.05%
R ₀	70nm	尺寸变化率(Std)	-0.08%
R _r	150nm	吸湿膨胀率(MD)	0.1%
R _r /R ₀	2.1	吸湿膨胀率(TD)	0.07%
R ₄₅₀ /R ₀	0.91	撕裂强度(MD)	2.3N/μm

R_{650}/R_0	1.04	撕裂强度(TD)	2.0N/ μm
取向角分布	$\pm 0.5^\circ$ 以内	断裂应力(MD)	91MPa
光程差分布(R_0)	1.2%	断裂应力(TD)	87MPa
光程差分布(R_r)	1.5%	断裂伸长率(MD)	39%
膜厚 Rave	80.0 μm	断裂伸长率(TD)	45%
最大膜厚 Rmax	80.6 μm	弹性模量(MD)	2.8GPa
最小膜厚 Rmin	79.4 μm	弹性模量(TD)	3.0GPa
膜厚分布 R(%)	1.5%	蠕曲(23 $^\circ\text{C}$ 、55%RH)	8 m^{-1}
透射率(500nm)	92.1%	耀斑杂质	23 个/ cm^2
透射率(400nm)	58.4%	增塑剂含量比(G2/G1)	0.99
透射率(380nm)	2.3%	皂化处理后接触角	18 $^\circ$

由此可以断定，本发明的纤维素酯薄膜 25 具有极好的光学特性，适于用作相位差薄膜、光学补偿片等。

按照本发明，可以提供光学特性优异的纤维素酯薄膜、所述薄膜的制造方法，具有所述薄膜的相位差薄膜、椭圆偏振片、光学补偿片及显示装置。

图1

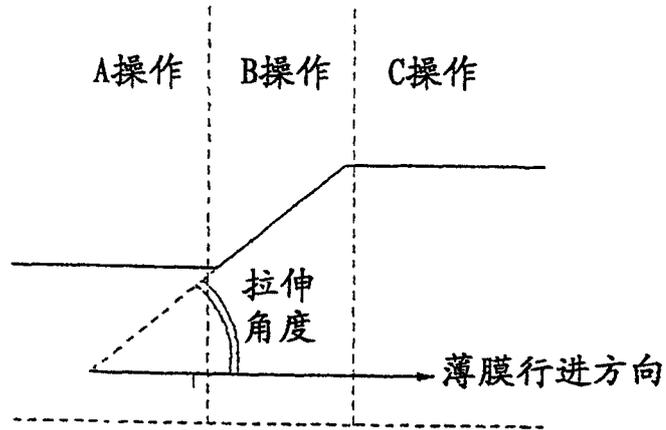


图2

