

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5155202号
(P5155202)

(45) 発行日 平成25年3月6日(2013.3.6)

(24) 登録日 平成24年12月14日(2012.12.14)

(51) Int. Cl. F I
CO8J 5/18 (2006.01) CO8J 5/18 CFD
CO8L 67/02 (2006.01) CO8L 67/02

請求項の数 2 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2009-5655 (P2009-5655)	(73) 特許権者	301020226 帝人デュボンフィルム株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号
(22) 出願日	平成21年1月14日(2009.1.14)	(74) 代理人	100169085 弁理士 為山 太郎
(65) 公開番号	特開2010-163513 (P2010-163513A)	(72) 発明者	瀬尾 静 岐阜県安八郡安八町南條1357番地 帝人デュボンフィルム株式会社内
(43) 公開日	平成22年7月29日(2010.7.29)	(72) 発明者	久保 耕司 岐阜県安八郡安八町南條1357番地 帝人デュボンフィルム株式会社内
審査請求日	平成23年11月7日(2011.11.7)	審査官	深谷 陽子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学用二軸延伸ポリエステルフィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

エステル交換法により重合されたエチレンテレフタレートを主たる繰り返し単位としてなるポリエステル(S)10~90重量部と、直接重合法により重合されたエチレンテレフタレート主たる繰り返し単位としてなるポリエステル(G)90~10重量部とを熔融混練して得た、厚みが20~400 μ m、ヘーズが1.0%以下であり、透過で測定したb*値が0.60以下であり、ポリエステル(G)の固有粘度が、0.85~1.50でありかつポリエステル(S)の固有粘度より0.05以上高いことを特徴とする、光学用二軸延伸ポリエステルフィルム。

【請求項2】

ヘーズが厚み188 μ mあたり0.30%以下である、請求項1記載の光学用二軸延伸ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は光学用二軸延伸ポリエステルフィルムに関する。詳しくは、フラットパネルディスプレイの光学部材として用いられる光学用二軸延伸ポリエステルフィルムや、光学部材の製造工程または組立工程において光学部材を保護するために用いられる保護フィルムや離型フィルムとして用いられる光学用二軸延伸ポリエステルフィルムに関する。

【背景技術】

【 0 0 0 2 】

二軸延伸ポリエステルフィルムは優れた光学特性を持つため、光学用フィルムとして、フラットパネルディスプレイの部材である拡散板や、プリズムシートのベースフィルムとして、またタッチパネルの基材として、広く用いられている。

【 0 0 0 3 】

光学用途の中でも、高い視認性が要求されるフラットパネルディスプレイの部材の用途では、フィルムには高い透明性が必要となる。他方で、ディスプレイの大型化に伴い、部材のフィルムには、自重による変形を防ぐためにある程度の厚みが必要となった。

【 0 0 0 4 】

しかし、厚みを厚くすると、キャストイングドラムへの押出時に冷却が不足し、結晶が生成してヘーズが上昇する傾向が見られる。このため、ポリエステルフィルムでは、フィルムに自重による変形を防ぐに十分な厚みを持たせることと、フィルムのヘーズを抑制することを両立することは難しい。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 5 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 7 - 1 6 1 9 3 7 号 公 報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 0 8 - 1 9 5 8 0 3 号 公 報

【 特許文献 3 】 W O 2 0 0 5 / 1 0 0 4 4 0 号 公 報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 6 】

また、フラットパネルディスプレイの部材の用途においては、透明性と共に、フィルム自体に着色がないことも重要である。しかも、厚みの厚いフィルムでは、薄いフィルムに比べて、着色の影響が強く現れる。フィルムが着色しているとディスプレイに表示される映像に、部材の着色の影響が現れ、正確な色再現ができない。

【 0 0 0 7 】

ディスプレイの大型化に伴い、フィルムの自重による変形を抑制するために、従来よりも厚いフィルムが必要となってきているが、フィルムを厚くすると透明性が低下するのみならず、黄色味が強くなってしまう。

【 0 0 0 8 】

本発明は、フィルムの自重による変形を抑制するための十分な厚みを持ちながら、優れた透明性を併せ持ちかつ黄色味の少ない光学用二軸延伸ポリエステルフィルムを提供することを課題とする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 9 】

すなわち本発明は、エステル交換法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル (S) 1 0 ~ 9 0 重量部と、直接重合法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル (G) 9 0 ~ 1 0 重量部とを熔融混練して得た、厚みが 2 0 ~ 4 0 0 μ m、ヘーズが 1 . 0 % 以下であり、透過で測定した b^* 値が 0 . 6 0 以下であり、ポリエステル (G) の固有粘度が、0 . 8 5 ~ 1 . 5 0 でありかつポリエステル (S) の固有粘度より 0 . 0 5 以上高いことを特徴とする、光学用二軸延伸ポリエステルフィルムである。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 0 】

本発明によれば、フィルムの自重による変形を抑制するための十分な厚みを持ちながら、優れた透明性を併せ持ちかつ黄色味の少ない光学用二軸延伸ポリエステルフィルムを提供することができる。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 1 】

10

20

30

40

50

[ポリエステル]

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、エステル交換法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(S)10~90重量部と、直接重合法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(G)90~10重量部とを熔融混練して得たポリエステル組成物からなる。

【 0012 】

本発明では、エステル交換法により重合されたポリエステル(S)10~90重量部と、直接重合法により重合されたポリエステル(G)90~10重量部とを熔融混練することで、優れた透明性のフィルムを、ポリマー濾過時の濾過圧の上昇による生産性の低下を招来することなく得ることができる。

10

【 0013 】

ポリエステル(S)は、エチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステルである。主たる繰返し単位とはポリエステルを構成する全繰返し単位の80モル%以上、好ましくは90モル%以上、特に好ましくは95モル%以上の繰返し単位をいう。ポリエステル(S)は共重合ポリエステルであってもよい。その場合、共重合成分としては、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸を例示することができる。

【 0014 】

ポリエステル(G)は、エチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステルである。主たる繰返し単位とはポリエステルを構成する全繰返し単位の80モル%以上、好ましくは90モル%以上、特に好ましくは95モル%以上の繰返し単位をいう。ポリエステル(S)は共重合ポリエステルであってもよい。その場合、共重合成分としては、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸を例示することができる。

20

【 0015 】

[フィルムの厚み]

本発明における二軸延伸ポリエステルフィルムの厚みは、機械的強度と生産性を両立するために20~400 μ m、好ましくは50~350 μ m、さらに好ましくは125~300 μ mである。20 μ m未満であると機械的強度が不足し、400 μ mを超えると生産性が劣ることになる。

【 0016 】

[フィルムのヘーズ]

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、フィルムのヘーズが1.0%以下、好ましくは0.9%以下、さらに好ましくは0.8%以下、特に好ましくは0.2~0.5である。ヘーズが1.0%を超えると透明性が低下し、光学用途として適さない。

30

【 0017 】

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、フィルムの厚み188 μ mあたりのヘーズが、好ましくは0.4%以下、さらに好ましくは0.38%以下、さらに好ましくは0.35%以下、特に好ましくは0.30%以下である。この範囲のヘーズであることで特に優れた透明性を備え、光学用途に適したフィルム得ることができる。

【 0018 】

これらのヘーズを達成するためには、エステル交換法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(S)10~90重量部と、直接重合法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(G)90~10重量部とを熔融混練した組成物をフィルムの原料として用い、しかも、滑剤としての粒子を実質的に含有しない組成物を原料として用いればよい。なお、実質的に含有しないとは、含有量が、ポリエステフィルムの全重量を基準に、例えば0.1重量%以下である。

40

【 0019 】

[固有粘度]

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムに用いるポリエステル(G)の固有粘度

50

は0.85~1.50であり、かつポリエステル(S)の固有粘度より0.05以上高いことが必要である。固有粘度がこの条件を満足することで、フィルムの着色を抑制し、透明度の高いフィルムを得ることができる。

【0020】

ポリエステル(G)の固有粘度は、ポリエステル(S)の固有粘度より、好ましくは0.05~0.5dl/g、さらに好ましくは0.1~0.4dl/g、特に好ましくは0.1~0.3dl/g高い。固有粘度の差をこの範囲とすることで、優れた強度を備えながら、均一な溶融混練を行うことができ、厚み斑の少ないフィルムを得ることができる。

【0021】

[フィルムのb*値]

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、透過で測定したb*値が0.60以下である。b*値が0.60を超えると、フィルムの黄色味目立ち、ディスプレイ用部材として用いたときに正確な色再現ができない。

【0022】

[製造方法]

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムに用いられるポリエステルは、公知の方法により製造することができる。

ポリエステル(S)は、例えばテレフタル酸ジメチルとエチレングリコールおよび必要により他の共重合成分を反応させてメチルアルコールを留去してエステル交換反応させた後、減圧下に重縮合反応を行いポリエステルを得る、エステル交換法により製造することができる。エステル交換反応触媒としては、例えば、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、亜鉛、ストロンチウム、チタン、ジルコニウム、マンガン、コバルトの化合物を用いることができる。重縮合反応触媒として、アンチモン化合物を用いることが好ましい。アンチモン化合物として、例えば三酸化アンチモン、五酸化アンチモン、酢酸アンチモン、酒石酸アンチモンを用いることができる。エステル交換法によりポリエステルの製造する場合は、重縮合反応前にエステル交換反応触媒を失活させる目的で、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリ-n-ブチルホスフェート、正リン酸といったリン化合物が通常は添加されるが、リン元素のポリエチレンテレフタレート中の含有量が20~100ppmであることがポリエステルの熱安定性の点から好ましい。

【0023】

また、ポリエステル(G)は、例えばテレフタル酸とエチレングリコールおよび必要により他の共重合成分を直接反応させて水を留去してエステル化した後、減圧下に重縮合反応を行う直接エステル化法により製造することができる。重縮合反応触媒として、ゲルマニウム化合物を用いることが好ましい。ゲルマニウム化合物として、例えば二酸化ゲルマニウム、四酸化ゲルマニウム、水酸化ゲルマニウム、有機酸ゲルマニウム、塩化ゲルマニウムを例示することができる。

【0024】

いずれの方式においても、エステル化反応またはエステル交換反応は、1段階で行ってもよく、多段階に分けて行ってもよい。溶融重縮合反応も1段階で行ってもよく、多段階に分けて行ってもよい。

【0025】

ポリエステルの固有粘度を特に高くする必要がある場合には、さらに固相重合を行ってもよい。固相重合前に結晶化を促進するために、溶融重合ポリエステルのペレットに吸湿させたあと加熱結晶化させてもよく、水蒸気を直接ポリエステルのペレットに吹きつけて加熱結晶化させてもよい。溶融重縮合反応は、回分式反応装置で行ってもよく、連続式反応装置で行ってもよい。固相重合反応は、溶融重縮合反応と同様に、回分式装置や連続式装置で行うことができる。溶融重縮合と固相重合は連続で行ってもよく、分割して行ってもよい。固相重合に供するポリエステルのペレットの形状は、シリンダー型、角型、球状、扁平な板状のいずれでもよい。平均粒径は通常1.0~5.0mmである。

【0026】

10

20

30

40

50

本発明に用いられるポリエステルのうち、固有粘度の高いものは、熔融重合後これをペレット化し、さらに固相重合することによって得ることができる。固相重合は、従来公知の方法で行うことができる。例えば、次のように行うとよい。まず、固相重合に供する熔融重縮合で得たポリエステルを、不活性ガス下または減圧下、あるいは水蒸気または水蒸気含有不活性ガス雰囲気下において、100～210の温度で、1～5時間加熱して、予備結晶化する。次いで、不活性ガス雰囲気下または減圧下にて、190～230の温度で1～30時間の固相重合を行う。固相重合後、必要に応じて減圧下または不活性ガス雰囲気下において、約150の温度から50以下の温度に冷却する。

【0027】

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、エステル交換法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(S)のペレット10～90重量部と、直接重合法により重合されたエチレンテレフタレートの主たる繰返し単位としてなるポリエステル(G)のペレット90～10重量部とを140～180で2～5時間乾燥後、押出機ホッパーに投入し、熔融温度250～300で熔融混練して押出し、キャストリングドラム上で急冷して未延伸フィルムを得る。このようにして得られた未延伸フィルムを77～85で予熱し、さらにIRヒーターにて加熱して縦方向に3.0～3.6倍に延伸する。続いてテンターに供給し、130～140にて横方向に3.0～3.7倍に延伸する。得られた二軸配向フィルムを200～250の温度で5秒間から10分間熱固定して得ることができる。

【0028】

二軸延伸の方法としては、未延伸ポリエステルフィルムを、長手方向あるいは幅方向に延伸し、続いて先の延伸方向と直行する方向の延伸を行う逐次二軸延伸や、長手方向と幅方向に一度に延伸する同時二軸延伸などの方法を用いることができる。

【実施例】

【0029】

以下、実施例に基づき、本発明をさらに詳細に説明する。なお、物性の測定方法および評価方法は以下のとおりである。

【0030】

(1) ヘーズ

(1-1) ヘーズ

フィルムについてJIS K7361に準じ、ヘーズ測定器(日本電色工業社製の商品名「NDH 2000」)を用いて測定した。二軸延伸ポリエステルフィルムの任意の3点について全光線透過率(%)と散乱光透過率(%)を求めた。これら3点の平均値をそれぞれ全光線透過率 T_t (%)と散乱光透過率 T_d (%)とした。これらの数値から、ヘーズ($T_d/T_t \times 100$ (%))を算出した。

【0031】

(1-2) 188 μ mあたりのヘーズ

フィルム単位厚み(1 μ m)あたりのヘーズを算出し、これを188倍することで求めた。まず、フィルム1枚について、フィルム2枚を密着して重ねた積層体について、およびフィルム3枚を密着して重ねた積層体について、上記(1-1)の方法でヘーズを測定した。つぎに、x軸をフィルムまたは積層体の厚み(μ m)、y軸をそのフィルムまたは積層体のヘーズ(%)として、厚み(μ m)とヘーズ(%)との関係をグラフにプロットし、得られた直線の傾きからフィルム単位厚み(1 μ m)あたりのヘーズ(%)を算出した。例えば、フィルム1枚の厚みが50 μ mである場合、プロットされる点(x, y)は、(50 μ m, 50 μ mのフィルムのヘーズ)、(100 μ m, 50 μ mのフィルム2枚を密着して重ねた厚み100 μ mの積層体のヘーズ)、(150 μ m, 50 μ mのフィルム3枚を密着して重ねた厚み150 μ mの積層体のヘーズ)の3点となる。なお、プロットされた点が直線にのらないときは、各点からの距離が最小となるように直線を引く。

【0032】

(2) b*値

カラー測定器（日本電色工業社製の商品名「SZ - 90」）を用いて測定した。フィルム上の任意の3点について、透過法で測定し、平均をとった。

【0033】

（3）固有粘度（dl/g）

p - クロロフェノールと1, 1, 2, 2 - テトラクロロエタンとの混合溶媒（p - クロロフェノール：1, 1, 2, 2 - テトラクロロエタン = 40重量%：60重量%）を溶媒として用い、35 で測定した。

【0034】

〔参考例1〕ポリエステル1の重合（エステル交換 三酸化アンチモン触媒）

ジメチルテレフタレート100重量部、エチレングリコール200重量部、酢酸マンガ
ン四水塩0.03重量部を反応容器に仕込み、エステル交換反応を実施した。続いて、トリフェニルホスホノアセテート0.02重量部、三酸化アンチモン0.01重量部を添加し、その後、3時間減圧下で297 まで昇温して、重縮合反応を行い、固有粘度が0.61 dl/gであるポリエチレンテレフタレートのペレットを得た。このポリエチレンテレフタレートをポリエステル1と称する。

10

【0035】

〔参考例2〕ポリエステル2の重合（直接重合 二酸化ゲルマニウム）

ジメチレンテレフタレート100重量部とエチレングリコール65重量部を常温でスラリー化し、加圧下でエステル化反応を行い、リン化合物0.02重量部、二酸化ゲルマニウム0.01重量部を添加した。次いで290 まで昇温して、重縮合反応を行い、低分子量のポリエステルを得た。得られたポリエステルの210、18時間固相重合を行い、固有粘度が0.86 dl/gであるポリエチレンテレフタレートのペレットを得た。このポリエチレンテレフタレートをポリエステル2と称する。

20

【0036】

〔参考例3〕ポリエステル3の重合（直接重合 二酸化ゲルマニウム）

参考例2において、固相重合時間を18時間から12時間に変更する以外は参考例2と同様にして、固有粘度0.77 dl/gであるポリエチレンテレフタレートのペレットを得た。このポリエチレンテレフタレートをポリエステル3と称する。

【0037】

〔参考例4〕ポリエステル4の重合（エステル交換 二酸化ゲルマニウム）

参考例1において、重縮合反応の触媒として用いた三酸化アンチモンの代わりに二酸化ゲルマニウムを用いた以外は参考例1と同様にして、固有粘度が0.62 dl/gのポリエチレンテレフタレートのペレットを得た。これを18時間固相重合を行い、固有粘度0.86 dl/gのポリエチレンテレフタレートのペレットを得た。このポリエチレンテレフタレートをポリエステル4と称する。

30

【0038】

〔実施例1〕

上記のポリエステル1のペレットとポリエステル2のペレットとを重量比で68：32の割合で混合し、この混合物を160 で3時間乾燥後、押出機ホッパーに投入し、溶融温度270 で溶融し、溶融押出し、キャストイングドラム上で急冷して未延伸フィルムを得た。

40

得られた未延伸フィルムを82～84 にて予熱し、さらに低速、高速のロール間で15mm上方より850 のIRヒーターにて加熱して縦方向に3.2倍に延伸した。続いて tenter に供給し、138 にて横方向に3.5倍に延伸して得られた二軸延伸フィルムを242 の温度で5秒間熱固定し、厚み50 μmの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。評価結果を表1にまとめる。

【0039】

〔比較例1〕

実施例1においてポリエステル2をポリエステル3に変更した以外は実施例1と同様の条件で、溶融押出、二軸延伸および熱固定して、厚み50 μmの二軸延伸ポリエステルフ

50

フィルムを得た。評価結果を表1にまとめる。

【0040】

[比較例2]

実施例1においてポリエステル2をポリエステル4に変更した以外は実施例1と同様の条件で、溶融押出、二軸延伸および熱固定して、厚み50 μ mの二軸延伸ポリエステルフィルムを得た。評価結果を表1にまとめる。

【0041】

【表1】

		重合方法	固有粘度	実施例1	比較例1	比較例2
溶融混練する ポリマー割合	ポリエステル1 (重量部)	エステル交換法	0.61	68	68	68
	ポリエステル2 (重量部)	直接重合法	0.86	32		
	ポリエステル3 (重量部)	直接重合法	0.77		32	
	ポリエステル4 (重量部)	エステル交換法	0.86			32
フィルム厚み		(μ m)		50	50	50
フィルム特性	ヘーズ	(%)		0.07	0.12	0.23
	188 μ mあたりヘーズ	(%)		0.19	0.51	0.43
	b*値			0.55	0.58	0.65

10

【産業上の利用可能性】

【0042】

本発明の光学用二軸延伸ポリエステルフィルムは、光学用フィルムや光学用フィルムの表面保護材として用いることができる。なお、光学用フィルムとして、フラットパネルディスプレイに用いられる、プリズムシートを例示することができる。また、光学用フィルムの表面保護材として、フラットパネルディスプレイに用いられる偏光板を組み立て工程で保護するために用いられる保護材を例示することができる。

20

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平08 - 003430 (JP, A)
特表2007 - 519813 (JP, A)
特開2005 - 060449 (JP, A)
特開2007 - 030278 (JP, A)
特開2006 - 096040 (JP, A)
特開平02 - 276856 (JP, A)
特開2002 - 020595 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08J 5/00 - 5/02, 5/12 - 5/22
C08K 3/00 - 13/08,
C08L 1/00 - 101/14